PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

English abstract of Document 2)

(11)Publication number:

2003-073485

(43)Date of publication of application: 12.03.2003

(51)Int.CI.

CO8J 5/18 B29C 55/02 G02B 5/30 **G02F** 1/1335 **602F** 1/13363 B29K 86:00 7:00 **B29L** CO8L 1:10

(21)Application number: 2001-270177

(71)Applicant: KONICA CORP

(22)Date of filing:

06.09.2001

FUJIHANA KENICHIRO (72)Inventor:

UMEDA HIRONORI

(54) CELLULOSE ESTER FILM, METHOD FOR PRODUCING THE SAME, OPTICAL COMPENSATION FILM, POLARIZER AND LIQUID CRYSTAL DISPLAY DEVICE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an optical compensation film having high visual field angle expansion effect, a cellulose film having excellent optical characteristics, a method for producing them, a polarizer and a liquid crystal

SOLUTION: This cellulose ester film contains two or more cellulose esters with an acyl group different each other in the kind or degree of substitution, and satisfies nx>ny>nz and also following inequalities (1) and (2) in the relationship between a retardation (R0) in the planar direction and a retardation (Rt) in the thickness direction: (1) 0.8≤Rt/R0≤2.5; (2) 41 nm≤R0≤300 nm.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2003-73485 (P2003-73485A)

(43)公開日 平成15年3月12日(2003.3.12)

(51) Int.Cl. ⁷	-	識別記号		FI				 7	73ト*(参考)
C08J	5/18	CEP		C 0	8 J	5/18		CEP	2H049
B 2 9 C	55/02			B 2	9 C	55/02			2H091
G 0 2 B	5/30			G 0	2 B	5/30			4F071
G 0 2 F	1/1335	5 1 0		G 0	2 F	1/1335		510	4 F 2 1 0
00	1/1336	3				1/13363			
	1,1000		審査請求	未繭水	請求	マダラ で	OL	(全 23 頁)	最終頁に続く
(21)出願番		特願2001-270177(P2	001-270177)	(71)	出願。				
					コニカ			oc# o Ħ	
(22)出願日		平成13年9月6日(20	01. 9. 6)	(70)	-			西新宿1丁目	20番 2 写
				(72)	発明	者 藤花			. rah
							日野市	さくら町1番	地コニカ株式会
						社内			
				(72)	発明		博紀		
				1		東京都	日野市	さくら町1番	地コニカ株式会
						社内			
									最終頁に続く

(54)【発明の名称】 セルロースエステルフィルム、その製造方法、光学補償フィルム、偏光板及び液晶表示装置

(57)【要約】

【課題】 高い視野角拡大効果を有する光学補償フィルム、優れた光学特性を有するセルロースエステルフィルム、その製造方法、偏光板及び液晶表示装置を提供する。

【解決手段】 面内方向のリターデーション(R_{\bullet})と 厚み方向のリターデーション(R_{\bullet})との関係が下記式 (1)、(2)を満たし、

式(1) 0.8≦R_t/R_o≦2.5

式(2) 41nm≤R₀≤300nm

且つ、nx>ny>nzを満たしているセルロースエステルフィルムであり、アシル基の置換度または置換基の異なるセルロースエステルを2種類以上含有していることを特徴とするセルロースエステルフィルム。

Document 2)

JP-A-2003-73485

【特許請求の範囲】

【請求項1】 フィルムの面内方向の下記一般式(a)で表される、リターデーション(R。)と下記一般式(b)で表される、厚み方向のリターデーション(Rt)との関係が下記式(1)、(2)を満たし、且つ、nx>ny>nzを満たしているセルロースエステルフィルムであり、該セルロースエステルフィルムが、アシル基の置換度または置換基の異なるセルロースエステルを2種類以上含有していることを特徴とするセルロースエステルフィルム。

式(1) 0.8≦R_t/R_o≦2.5

式(2) 41nm≤R。≤300nm

一般式(a):Ro=(nx-ny)×d

一般式(b):R_t=((nx+ny)/2-nz)× d

〔式中、nxはフィルム面内遅相軸方向の屈折率、nyはフィルム面内進相軸方向の屈折率、nzはフィルムの厚み方向の屈折率、dはフィルムの膜厚(nm)である。〕

【請求項2】 面内方向のリターデーション(R。)が下記式(3)で表されることを特徴とする請求項1に記載のセルロースエステルフィルム。

式(3) 41nm≤R。≤95nm

【請求項3】 総置換度が2.50以上2.90以下のセルロースエステルのうち、総置換度の差が0.02以上あるセルロースエステルを2種類以上含有することを特徴とする請求項1または2に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項4】 総置換度が2.70以上3.00以下であるセルロースエステルAと、総置換度が2.40以上 302.70未満のセルロースエステルBを混合したことを特徴とする請求項1または2に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項5】 アセチル置換度が2.50から2.90 のセルロースアセテートと、アセチル置換度をA、プロピオニル置換度をBとした場合、下記式(4)及び

(5)を満たすセルロースアセテートプロピオネートとを各々有することを特徴とする請求項1または2に記載のセルロースエステルフィルム。

式(4) 2.50≤(A+B)≤2.90 式(5) 1.40≤A≤2.30

【請求項6】 セルロースエステルフィルム全体のうち、セルロースアセテートプロピオネートの含有量が質量比で60%以上含有されていることを特徴とする請求項5 に記載のセルロースエステルフィルム。

【請求項7】 置換度の異なる2種類以上のセルロース アセテートプロピオネートを含有し、且つ、平均置換度 が、前記式(4)及び(5)を満たすことを特徴とする 請求項1または2に記載のセルロースエステルフィル ム。 【請求項8】 請求項1~7のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルムを作製するに当たり、

溶媒を含む樹脂溶液を支持体上で流延製膜してウェブを 形成し、該ウェブを該支持体から剥離、乾燥させて、前 記ウェブ中の残留溶媒量を100質量%未満の状態に し、次いで、前記ウェブの温度を110℃~160℃の 範囲に保ちながら、延伸する工程を有することを特徴と するセルロースエステルフィルムの製造方法。

[請求項9] 異なる置換基または置換度の異なるセルロースエステルを含有する2種類以上の溶液を、流延直前にてインラインミキサーで混合し、セルロースエステルドープを作製し、流延製膜法で製膜することを特徴とする請求項8に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

【請求項10】 異なる置換基または置換度の異なるセルロースエステルを含有する2種類以上の溶液を、同時あるいは逐次、支持体上に流延して製膜することを特徴とする請求項8に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

20 【請求項11】 請求項8または9のいずれか1項に記 載の製造方法を用いて作製されたことを特徴とするセル ロースエステルフィルム。

【請求項12】 請求項1~7、11のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルムと、該セルロースエステルフィルム上に直接または、別の層を介して液晶性化合物の配向が固定化された光学異方層を有することを特徴とする光学補償フィルム。

【請求項13】 請求項12に記載の光学補償フィルム を有することを特徴とする偏光板。

【請求項 14】 請求項 13 に記載の偏光板を有するととを特徴とする液晶表示装置。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、セルロースエステルフィルム、その製造方法、光学補償フィルム、偏光板及び液晶表示装置に関する。

[0002]

【従来の技術】近年の液晶ディスプレイの用途は広がる一方で、ラップトップ型コンピューターのSTN液晶デ40 ィスプレイやTFT液晶ディスプレイにとどまらず、モバイル性を生かしたゲーム機や情報携帯端末にも使用されている。なかでも液晶テレビとしての需要が、省スペース性という観点から特に注目されている。

【0003】液晶ディスプレイは大型化が進むほど、視野角特性の高度な改善が求められる。それゆえ、従来より高度でかつ安価な視野角補償性能を有する光学補償フィルムが要望されてきている。

【0004】TFT-TN液晶ディスプレイの視野角補 償として、特開平7-191217号に開示されている 50 ように、ディスコチック液晶のフィルムを液晶セルの上 面と下面に配置して、液晶セルの視野角特性を改善する 試みがなされている。また、正の光学異方性を有するネ マティック型高分子液晶性化合物を深さ方向に液晶分子 のプレチルト角が変化するハイブリッド配向をさせたも のや、正の光学異方性を有するネマティック型液晶性化 合物を支持体上に2層構成にして各々の層の配向方向を 略90°とすることにより、視野角改善する方法が試み られている。

【0005】 これらの方式の場合は、光学補償能を得るためには実質的には必ず液晶パネルのそれぞれ両面に配 10 置しなければならず、簡便とされる光学補償フィルムによる視野角改善の方式においても非常にコスト高となる問題点があった。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、1枚で高い 視野角拡大効果を達成する光学補償フィルム、それに用 いる優れた光学特性を有するセルロースエステルフィル ム、その製造方法、偏光板及び液晶表示装置を提供する ととである。

[0007]

[課題を解決するための手段]本発明の上記目的は、下記の構成1~13により達成された。

【0008】1.フィルムの面内方向の前記一般式(a)で表される、リターデーション(R。)と前記一般式(b)で表される、厚み方向のリターデーション(Rt)との関係が前記式(1)、(2)を満たし、且つ、nx>ny>nzを満たしているセルロースエステルフィルムであり、該セルロースエステルフィルムが、アシル基の置換度または置換基の異なるセルロースエステルを2種類以上含有していることを特徴とするセルロースエステルフィルム。

【0009】2. 面内方向のリターデーション(R。) が前記式(3)で表されることを特徴とする前記1に記 載のセルロースエステルフィルム。

[0010]3. 総置換度が2.50以上2.90以下のセルロースエステルのうち、総置換度の差が0.02以上あるセルロースエステルを2種類以上含有することを特徴とする前記1または2に記載のセルロースエステルフィルム。

【0011】4、総置換度が2.70以上3.00以下 40 であるセルロースエステルAと、総置換度が2.40以上2.70未満のセルロースエステルBを混合したことを特徴とする前記1または2に記載のセルロースエステルフィルム。

【0012】5. アセチル置換度が2. 50から2. 90のセルロースアセテートと、アセチル置換度をA、プロピオニル置換度をBとした場合、前記式(4)及び(5)を満たすセルロースアセテートプロピオネートとを各々有するととを特徴とする前記1または2に記載のセルロースエステルフィルム。

【0013】6. セルロースエステルフィルム全体のうち、セルロースアセテートプロピオネートの含有量が質量比で60%以上含有されていることを特徴とする前記5に記載のセルロースエステルフィルム。

[0014] 7. 置換度の異なる2種類以上のセルロースアセテートプロピオネートを含有し、且つ、平均置換度が、前記式(4)及び(5)を満たすことを特徴とする前記1または2に記載のセルロースエステルフィルム。

【0015】8.前記1~7のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルムを作製するに当たり、溶媒を含む樹脂溶液を支持体上で流延製膜してウェブを形成し、該ウェブを該支持体から剥離、乾燥させて、前記ウェブ中の残留溶媒量を100質量%未満の状態にし、次いで、前記ウェブの温度を110℃~160℃の範囲に保ちながら、延伸する工程を有することを特徴とするセルロースエステルフィルムの製造方法。

[0016]9.各々、異なる置換基または置換度の異なるセルロースエステルを含有する2種類以上の溶液

20 を、流延直前にてインラインミキサーで混合し、セルロースエステルドープを作製し、流延製膜法で製膜することを特徴とする前記8に記載のセルロースエステルフィルムの製造方法。

【0017】10.各々、異なる置換基または置換度の 異なるセルロースエステルを含有する2種類以上の溶液 を、同時あるいは逐次、支持体上に流延して製膜するこ とを特徴とする前記8に記載のセルロースエステルフィ ルムの製造方法。

【0018】11. 前記8または9のいずれか1項に記 載の製造方法を用いて作製されたことを特徴とするセル ロースエステルフィルム。

【0019】12.前記1~7、11のいずれか1項に記載のセルロースエステルフィルムと、該セルロースエステルフィルム上に直接または、別の層を介して液晶性化合物の配向が固定化された光学異方層を有することを特徴とする光学補償フィルム。

【0020】13. 前記12に記載の光学補償フィルムを有することを特徴とする偏光板。

14. 前記13に記載の偏光板を有することを特徴とする液晶表示装置。

【0021】以下、本発明を詳細に説明する。本発明者等は、上記の問題点を種々検討した結果、本発明のセルロースエステルフィルム、具体的には、置換度や置換基の異なるセルロースエステルを混合することにより、フィルムの面内方向のリターデーション値と厚み方向のリターデーション値等の光学特性が最適化された二軸性光学フィルムが得られることを見いだし、更に、幅手の位置による屈折率のばらつきを小さく出来る光学補償フィルム、これを用いた偏光板、及び、この偏光板を用いる50 ことにより、高い視野角改善効果を示す液晶表示装置を

提供することが可能になった。

[0022] また、光学補償フィルム1枚で高い視野角 改善効果が得られるので、液晶パネル作製時の歩留まり 性が大幅に向上し、コスト的にも非常にメリットが大き いことが判った。

【0023】本発明のセルロースエステルフィルムについて説明する。本発明のセルロースエステルフィルムの光学特性としては、フィルムの面内方向のリターデーション値(R。)が41nm~300nmであることが必要であるが、好ましくは、41nm~95nmであることが好ましい。

【0024】本発明においては、更に、厚さ方向のリターデーション値(R、)とR。の比(R、/R。)が0.8~2.5の範囲にあることが必要であり、且つ、nx>ny>nzである条件とが同時に満たされる時、優れた光学特性を有する本発明のセルロースエステルフィルムが得られ、それを用いた光学補償フィルムを有する液晶パネルの視野角拡大効果が発揮される。

【0025】また、本発明のセルロースエステルフィルムのR、/R。値が1.4を超える場合には、光学異方層 20をはさんで本発明のセルロースエステルフィルムが接する面とは反対の面に隣接する、いわゆる偏光板保護用フィルムの光学特性については、R、を60nm以下にすることにより視野角特性の改善効果が大きいことが明らかになった。

【0026】本発明のセルロースエステルフィルムのR、/R。値が1.4以下である場合は、偏光板保護フィルムの光学特性の影響を受けずに視野角改善効果が得られる。

【0027】また、このR、/R。値は、同じ置換度を有するセルロースエステルを使用してもロット間でばらつきが出ることがある。その問題を回避するためには本発明のように、製膜直後のリターデーション値を測定しR、/R。値が目的とする設定値からはずれている場合は、別の置換度を有したセルロースエステルを溶解したドープをインライン添加法などによって混合し、最適の光学特性になるように調節できるので、安定で、且つ、高品質なセルロースエステルフィルムを製造することが出来る。

【0028】本発明のセルロースエステルフィルムの製 40 するうえで好ましい。造方法については、詳細は後述するが、生産性の観点から好ましい製造方法は、セルロースエステル溶液(ドーフ)を支持体(例えば、ベルトまたはドラム等が用いられる)上で流延製膜して、ウェブを形成し、溶媒が残存した状態で支持体(ベルトまたはドラム)からウェブを表した状態で支持体(ベルトまたはドラム)からウェブを表した状態で支持体(ベルトまたはドラム)からウェブを表した状態で支持体(ベルトまたはドラム)からウェブを表した状態で支持体(ベルトまたはドラム)からカーエスを発電換度が2.40だったカーフィルムを得る態様である。

【0029】nxはセルロースエステルフィルムの面内での最大屈折率方向であるx方向の屈折率、nyはx方向に面内で直角方向であるy方向の屈折率である。nz

は厚み方向の屈折率、dはフィルムの厚み(nm)を表す。

[0030] セルロースエステルフィルムの全体の屈折率の測定は、通常の屈折率計を用いることができる。全体の屈折率を測定した後、自動復屈折計KOBRA-21ADH(王子計測機器(株)製)を用いて、23℃、55%RHの環境下で、波長が590nmにおいて、3次元屈折率測定を行い、屈折率nx、ny、nzを算出し、かつフィルムの厚さを測定してリターデーションR。、Rtを求める。

[0031] 本発明に係る、光学的に二軸性を有するセルロースエステルは、通常セルロースエステルを流延により製造する過程で一定の方向に張力を付与することにより得ることができる。例えば、セルロースエステルフィルムを流延後に残留溶媒が存在する条件下で延伸などの操作を行うことが特に効果的である。本発明のように実質的に巾方向に延伸する場合、巾手で屈折率に分布が生じる場合がある。これは、特にテンター法を用いた場合にみられることがあるが、巾方向に延伸したことで、フィルム中央部に収縮力が発生し、端部は固定されていることにより生じる現象で、いわゆるボーイング現象と呼ばれるものと考えられる。本発明では複数のセルロースエステルを混合して用いることにより、目的のR、/R。値を達成すると同時に、上記のボーイング現象をも抑制することが出来る。

【0032】本発明のセルロースエステルフィルムに使用するセルロースエステルは、綿花リンター、木材パルプ及びケナフ等由来のセルロースを用い、それらに無水酢酸、無水プロピオン酸、または無水酪酸を常法により反応して得られるもので、セルロースの水酸基に対するアシル基の総置換度が2.40~3.00のものが好ましく用いられる。また、アシル基の置換基には、アセチル基、プロピオニル基、ブチリル基などが挙げられ、セルロースアセテート、セルロースアセテートプロピオネートブチレート、及びセルロースアセテートプロピオネートブチレート、セルロースアセテートプロピオネートブチレート、セルロースアセテートプロピオネートブチレート、セルロースアセテートプロピオネートブチレート、セルロースアセテートプロピオネートブチレート、セルロースアセテートフタレートが好ましく用いられる。本発明においてはこれらの範囲に含まれるセルロースエステルを2種類以上混合して使用することが、本発明の目的を達成するまで好ましい。

【0033】請求項1に記載の、前記式(1)、式(2)に記載のような光学特性を示すセルロースエステルフィルムを得るためには、一つの方法としては、総置換度が2.50から2.90の範囲にあるセルロースエステルを2種類以上混合する。また別の方法としては、総置換度が2.40から2.70の範囲のものと、2.70から3.00の範囲のセルロースエステルを混合する方法がある。

[0034]もう一つの方法としては、総置換度が2. 50 50から2.90のセルロースエステルと、アセチル基 とプロピオニル基の合計の置換度が2.50から2.9 0であり、そのうちアセチル置換度が1.40から2. 30の範囲にあるセルロースアセテートプロピオネート を含むセルロースエステルフィルムの混合、さらにもう -つの方法は置換度の異なる2種類以上のセルロースア セテートプロピオネートを、アセチル基とプロピオニル 基の合計の置換度が2.50から2.90、そのうちア セチル置換度が1.40から2.30の範囲になるよう に混合することによって得られる。

【0035】添加比率は、総置換度が低い方のセルロー 10 スエステルが5質量%から95質量%の範囲であること が好ましく、膜強度やインライン添加時のドープ混合性 の観点から、50質量%以上100質量%未満、さらに は70質量%以上100質量%未満であることがより好 ましい。

【0036】セルロースアセテートプロピオネートを含 有させる場合、セルロースアセテートプロピオネートの 含有量が60質量%以上100質量%以下が好ましく、 さらに80質量%以上100質量%以下がより目的の光 学特性を得る上で好ましい。

【0037】ここで、本発明に係るセルロースエステル の総置換度(アシル基の置換度ともいう)について説明 する.

【0038】本発明に係るセルロースエステルのアシル 基の置換度の測定方法としては、ASTMのD-817 -96に準じて実施することが出来る。これらのセルロ ースエステルの分子量は数平均分子量として、50,0 00~300,000の範囲が、フィルムに成形した場 合の機械的強度が強く好ましい。更に、70,000~ 200,000が好ましい。通常、セルロースエステル 30 は反応後の水洗等処理後において、フレーク状となり、 その形状で使用されるが、粒子サイズは粒径を0.05 ~2.0mmの範囲とすることにより溶解性を早めるこ とが出来好ましい。また、粒子サイズが小さい場合は、 生産上の取り扱い性が悪くなるため、その目的のために 造粒工程を経ても良い。

【0039】本発明のセルロースエステルフィルムの製 造方法を説明する。セルロースエステルフィルムの製造 方法としては、ドープ液を支持体上に流延、製膜し、得 られたフィルムを支持体から剥ぎ取り、その後、張力を かけて乾燥ゾーン中を搬送させながら乾燥する、溶液流 延製膜法が好ましい。更に好ましくは、各々、異なる置 換基または置換度の異なるセルロースエステルを含有す る2種類以上の溶液を、流延直前にてインラインミキサ ーで混合し、セルロースエステルドープを作製し、流延 製膜法で製膜することが好ましい。ここで、流延直前と は、ドープ液の調製~塗布までの時間が1時間以内であ ることであるが、好ましくは、30分以内である。

【0040】下記に溶液流延製膜法について述べる。

る良溶媒を主とする有機溶媒に溶解釜中で該フレークを 攪拌しながら溶解し、セルロースエステル溶液(ドー プ)を形成する工程である。溶解には、常圧で行う方 法、主溶媒の沸点以下で行う方法、主溶媒の沸点以上で 加圧して行う方法、J.M.G.Cowie等によるM akromol. chem. 143卷、105頁(19 71) に記載されたような、又特開平9-95544号 及び同9-95557号公報に記載された様な低温で溶 解する冷却溶解法、高圧で行う方法等種々の溶解方法が ある。溶解後ドープを連材で濾過し、脱泡してポンプで 次工程に送る。

8

【0041】(2)流延工程:ドープを加圧型定量ギヤ ポンプを通して加圧ダイに送液し、流延位置において、 無限に移送する無端の金属ベルトあるいは回転する金属 - ドラムの流延用支持体(以降、単に支持体ということも ある)上に加圧ダイからドープを流延する工程である。 流延用支持体の表面は鏡面となっている。その他の流延 方法としては流延されたドープ膜をブレードで膜厚を調 節するドクターブレード法、あるいは逆回転するロール 20 で調節するリバースロールコーターによる方法等がある が、口金部分のスリット形状を調製出来、膜厚を均一に し易い加圧ダイが好ましい。加圧ダイには、コートハン ガーダイやTダイ等があるが、何れも好ましく用いられ る。製膜速度を上げるために加圧ダイを流延用支持体上 に2基以上設け、ドープ量を分割して重層してもよい。 【0042】(3)溶媒蒸発工程:ウェブ(流延用支持 体上にドープを流延した以降のドープ膜の呼び方をウェ ブとする)を流延用支持体上で加熱し溶媒を蒸発させる 工程である。溶媒を蒸発させるには、ウェブ側から風を 吹かせる方法及び/または支持体の裏面から液体により 伝熱させる方法、輻射熱により表裏から伝熱する方法等 があるが、裏面液体伝熱の方法が乾燥効率がよく好まし い。またそれらを組み合わせる方法も好ましい。

【0043】(4)剥離工程:支持体上で溶媒が蒸発し たウェブを、剥離位置で剥離する工程である。剥離され たウェブは次工程に送られる。剥離する時点でのウェブ の残留溶媒量(下記式)があまり大き過ぎると剥離し難 かったり、逆に支持体上で充分に乾燥させてから剥離す ると、途中でウェブの一部が剥がれたりする。

【0044】製膜速度を上げる方法(残留溶媒量ができ るだけ多いうちに剥離するため製膜速度を上げることが できる)として、残留溶媒が多くとも剥離出来るゲル流 延法(ゲルキャスティング)がある(残留溶媒量が出来 るだけ多いうちに剥離するため製膜速度を上げることが 出来る)。それは、ドープ中にセルロースエステルに対 する貧溶媒を加えて、ドープ流延後、ゲル化する方法、 支持体の温度を低めてゲル化する方法等がある。また、 ドープ中に金属塩を加える方法もある。支持体上でゲル 化させ膜を強くするととによって、剥離を早め製膜速度 (1) 溶解工程:セルロースエステルのフレークに対す 50 を上げることが出来るのである。残留溶媒量がより多い

40

時点で剥離する場合、ウェブが柔らか過ぎると剥離時平 面性を損なったり、剥離張力によるツレや縦スジが発生 し易く、経済速度と品質との兼ね合いで剥離残留溶媒量 を決められる。

9

【0045】(5)乾燥工程:ウェブを千鳥状に配置し たロールに交互に通して搬送する乾燥装置及び/または クリップでウェブの両端をクリップして搬送するテンタ ー装置を用いてウェブを乾燥する工程である。乾燥の手 段はウェブの両面に熱風を吹かせるのが一般的である が、風の代わりにマイクロウエーブを当てて加熱する手 10 段もある。あまり急激な乾燥は出来上がりのフィルムの 平面性を損ね易い。 高温による乾燥は残留溶媒が8質量 %以下くらいから行うのがよい。全体を通して、通常乾 燥温度は40~250℃で、70~180℃が好まし い。使用する溶媒によって、乾燥温度、乾燥風量及び乾 燥時間が異なり、使用溶媒の種類、組合せに応じて乾燥 条件を適宜選べばよい。

【0046】流延用支持体面から剥離した後の乾燥工程 では、溶媒の蒸発によってウェブは巾方向に収縮しよう とする。高温度で急激に乾燥するほど収縮が大きくな る。この収縮を可能な限り抑制しながら乾燥すること が、出来上がったフィルムの平面性を良好にする上で好 ましい。この観点から、例えば、特開昭62-4662 5号公報に示されているような乾燥全工程あるいは一部 の工程を巾方向にクリップでウェブの巾両端を巾保持し つつ乾燥させる方法(テンター方式)が好ましい。

【0047】(6)巻き取り工程:ウェブを残留溶媒量 が質量で2%以下となってからフィルムとして巻き取る 工程である。残留溶媒量を0.4%以下にすることによ り寸法安定性の良好なフィルムを得ることが出来る。巻 き取り方法は、一般に使用されているものを用いればよ く、定トルク法、定テンション法、テーパーテンション 法、内部応力一定のプログラムテンションコントロール 法等があり、それらを使いわければよい。

【0048】セルロースエステルフィルムの膜厚の調節 には所望の厚さになるように、ドーブ濃度、ポンプの送 液量、ダイの口金のスリット間隙、ダイの押し出し圧 力、流延用支持体の速度をコントロールするのがよい。 又、膜厚を均一にする手段として、膜厚検出手段を用い て、プログラムされたフィードバック情報を上記各装置 にフィードバックさせて調節するのが好ましい。

【0049】溶液流延製膜法を通しての流延直後からの 乾燥までの工程において、乾燥装置内の雰囲気を、空気 とするのもよいが、窒素ガスや炭酸ガス等の不活性ガス 雰囲気で行ってもよい。ただ、乾燥雰囲気中の蒸発溶媒 の爆発限界の危険性は常に考慮されなければならないこ とは勿論のことである。

[0050] 本発明の光学補償フィルムの配置形態とし ては、駆動用液晶セルのガラス基板又はプラスチック基 板と偏光子の間であればTN型TFT液晶装置に様々な 50 に0.4質量%以下であることが、寸度安定性が良好な

形態で配置して使用することが可能である。

【0051】本発明の光学異方体は当該液晶パネルの両 面の各々の個光子とセルのガラス基板またはプラスチッ ク基板の間に配置され、透過型パネルの場合における入 射光側または出射光側のいずれの側にも配置することが できる。または片面に同様に光学補償フィルムを 1 枚ま たは2枚以上に配置しても差し支えはない。

10

【0052】また、本発明の目的をより効果的に発現さ せる光学補償フィルムの配置方法は、前記駆動用液晶セ ルに最も近い面に前記光学補償フィルムの透明支持体面 が接触する方向に配置し、かつ光学補償フィルムのセル ロースエステルフィルムの最大屈折率方向が光学異方層 の面内最大屈折率方向に実質的に直交した方向が好まし い。実質的に直交とは、当該各々の基準方向とのなす角 が80°から100°の範囲であり、好ましくは87° 以上93°以下、さらに好ましくは89°以上91°以 下であるが、本質的に90°であることが好ましい。

【0053】本発明において、延伸時のフィルム中の残 留溶媒量は少なすぎると延伸が出来ず破断するおそれが あり、逆に多すぎた場合所望の位相差を得るためには非 常に大きな延伸倍率を必要とし、特別な装置が必要とな ることがある。そういったことから、本発明における残 留溶媒量は90質量%未満であることが好ましい。

【0054】本発明に係る溶液流延製膜により作製した セルロースエステルは、加熱して延伸することが好まし い。しかし、ウェブの温度が高すぎると、可塑剤が揮散 するので、室温(15℃)~160℃以下の範囲が好ま しい。本発明においてはフィルムの温度を110℃から 160℃の範囲で延伸することがフィルム巾手の光学特 性分布を均一化でき、さらに好ましい。

【0055】ここで、残留溶媒量は下記の式で求める。 残留溶媒量 (質量%) = { (M-N) /N} ×100 ととで、Mはウェブの任意時点での質量、NはMを11 0℃で3時間乾燥させた時の質量である。

【0056】ウェブを延伸する方法は特に限定しない が、例えば、複数のロールに周速差をつけ、その間でロ ール周速差を利用して縦方向に延伸する方法や、ウェブ の両端をクリップやピンで固定し、クリップやピンの間 隔を横方向に広げて横方向に延伸する方法、いわゆるテ ンター法が使用できる。本発明においては、テンター法 を用いて、最終的に流延の巾手方向の屈折率が面内で最 大となるように延伸することが、光学補償フィルムを作 製する上で都合が良く好ましい。

【0057】巾方向の延伸倍率は、本発明の目的を達す るためには制限はないが、より発明の効果を発揮するの は、1.05倍~2.0倍が好ましく、さらに好ましい のは、1.1倍~1.5倍である。

【0058】以上のようにして得られたフィルムは、最 終仕上がりフィルムの残留溶媒量で2 質量%以下、さら フィルムを得る上で好ましい。

【0059】延伸処理を行ったフィルムは、内部に応力 が残留し高湿雰囲気下で寸法変化が起きることがある。 これをそのまま偏光板などに貼合すると経時での剥離が 問題となる。本発明ではこの剥離を起こさせないため に、セルロースエステルフィルムに対してあらかじめい くつかの処理を施すことが有用である。

11

【0060】一つの方法として、製膜後乾燥し、巻き取 ったロール状フィルムを髙湿状態で保存する方法、ある いは高湿状態でもう一つのコアに巻き直す方法さらにそ 10 れらを組み合わせる方法などが挙げられる。この場合、 フィルムの収縮によって生産直後の光学特性からは変化 が起きるため、巻き取り張力や環境温度を最適化する必 要がある。巻き取り張力は巻き取ったフィルムの平面性 が保たれる範囲であれば特に制限はないが、強すぎる場 合は搬送方向へのフィルムののびが発生してしまい、一 方弱い場合は巻きずれが生じるため、200N/m以下 が好ましい。温度は、フィルムのガラス転移温度以下で あることが好ましいが、フィルム内部応力を緩和させる にはできるだけ高い温度であるほうが処理時間が短く良 20 い。そういった点から、温度は25℃から100℃の範 用で実施することが好ましい。

【0061】別の方法として、フィルム生産の工程内の 乾燥ゾーンに、前後のロール周速差を設け、かつ該ロー ル間のロールスパンを通常よりも広くしたゾーンを設け ることによっても同様な効果が得られる。

【0062】セルロースエステルを溶解してドープを形 成する溶媒としては、例えば、メチレンクロライド、酢 酸メチル、酢酸エチル、酢酸アミル、アセトン、テトラ ヒドロフラン、1,3-ジオキソラン、シクロヘキサノ ン、2,2,2-トリフルオロエタノール、2,2, 3, 3-ヘキサフルオロ-1-プロパノール、1, 3-ジフルオロー2ープロパノール等を挙げることができ

【0063】特にメチレンクロライド、酢酸メチル、酢 酸エチル、アセトン等が好ましく用いられる。特に酢酸 メチルが全有機溶媒に対して50%以上含有しているこ とが好ましい。

【0064】本発明に用いられるセルロースエステルド ープには、上記有機溶媒の他に質量で1~30%の炭素 40 原子数1~4のアルコールを含有させることが好まし い。このことでドーブを流延用支持体に流延後、溶剤が 蒸発を始め、アルコールの比率が多くなるとウェブ(ド ープ膜) がゲル化し、ウェブを丈夫にし流延用の支持体 から剥離することが容易となり、更に前記有機溶媒に対 するセルロースエステルの溶解を促進する効果が得られ る。炭素原子数1~4のアルコールとしては、メタノー ル、エタノール、n-プロパノール、iso-プロパノ ール、nープタノール、secーブタノール、tert - ブタノールを挙げることができる。これらのうち、ド 50 メチルグリコレート、オクチルフタリルエチルグリコレ

ープの安定性がよく、沸点も比較的低く、乾燥性もよ く、かつ、毒性がないこと等からエタノールが好まし 63.

12

【0065】ドープの固形分濃度は通常、質量で10~ 40%が好ましく、ドープ粘度は10~50Pa・se cの範囲に調整されることが良好なフィルムの平面性を 得る点から好ましい。

【0066】2種類以上のセルロースエステルを混合す る混合方法としては、同一容器に2種類以上のセルロー スエステルを導入し、混合溶解してドープを調製するこ とができる。とのほかに、それぞれのセルロースエステ ルをあらかじめ溶解しておき、流延直前に配管内で混合 し流延することができる。本発明においては、光学補償 フィルムを作製する上で、セルロースエステルフィルム 上に設ける光学異方層の特徴に応じて光学特性を制御で きるこという点で好ましく、また、素材や製造条件によ って生じる光学特性の変動を調整することができるた め、配管内で混合することが好ましい。またその場合、 インラインミキサーなど常用の方法が利用できる。この 方法によれば、素材の生産ロット等の違いによって生じ るフィルムの光学特性の変動が生産中に検出される場 合、セルロースエステルの混合比を調整するととによっ て、得られるフィルムの光学特性をコントロールするこ とができる。より好ましくは製膜工程内で光学特性を連 続的または断続的に測定し、フィードバック制御で混合 比率を変更、調整することである。

【0067】ドープ中には、可塑剤、マット剤、紫外線 吸収防止剤、酸化防止剤、染料等を添加してもよい。

【0068】本発明に使用するアセチル基およびプロピ オニル置換基を有するセルロースエステルはそれ自身が 可塑剤としての効果を発現するので、可塑剤を添加しな くても或いはわずかの添加量で充分なフィルム特性が得 られるが、その他の目的で可塑剤を添加してもよい。例 えば、フィルムの耐湿性を向上する目的では、アルキル フタリルアルキルグリコレート類、リン酸エステルやカ ルボン酸エステルなどが挙げられる。

【0069】アルキルフタリルアルキルグリコレート類 としては、例えば、メチルフタリルメチルグリコレー ト、エチルフタリルエチルグリコレート、プロビルフタ リルプロピルグリコレート、ブチルフタリルブチルグリ コレート、オクチルフタリルオクチルグリコレート、メ チルフタリルエチルグリコレート、エチルフタリルメチ ルグリコレート、エチルフタリルプロピルグリコレー ト、メチルフタリルブチルグリコレート、エチルフタリ ルブチルグリコレート、ブチルフタリルメチルグリコレ ート、ブチルフタリルエチルグリコレート、プロピルフ タリルブチルグリコレート、ブチルフタリルプロピルグ リコレート、メチルフタリルオクチルグリコレート、エ チルフタリルオクチルグリコレート、オクチルフタリル ート等が挙げられる。

【0070】リン酸エステル類としては、例えば、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、フェニルジフェニルホスフェート、オクチルジフェニルホスフェート、トリオクチルホスフェート、トリブチルホスフェート等を挙げることができる。

【0071】カルボン酸エステルとしては、例えば、フタル酸エステル類、クエン酸エステル類等があり、フタル酸エステル類としては、例えば、ジメチルフタレート、ジエチルフタレート、ジメトキシエチルフタレート、ジメチルフタレート、ジオクチルフタレート、ジブチルフタレート、ジー2ーエチルヘキシルフタレート等、クエン酸エステル類としては、例えば、クエン酸アセチルトリエチルおよびクエン酸アセチルトリエチルおよびクエン酸アセチルトリエチルおよびクエン酸アセチルトリエチルおよびクエン酸アセチルトリブチルを挙げることができる。

【0072】又、その他、オレイン酸ブチル、リシノール酸メチルアセチル、セパシン酸ジブチル、トリアセチン等を単独或いは併用するのが好ましい。また、可塑剤 20は必要に応じて、2種類以上を併用して用いてもよい。 【0073】この目的で用いる可塑剤の量はセルロースエステルに対して質量で1~30%が好ましく、特に4~18%が好ましい。

【0074】 これらの化合物は、セルロースエステル溶液の調製の際に、セルロースエステルや溶剤と共に添加してもよいし、溶液調製中や調製後に添加してもよい。 【0075】 フィルムが滑りにくいとフィルム同士がブロッキングを起こし、取り扱い性に劣る場合がある。その場合、本発明に係わるフィルムには、以下に示すような微粒子を含有させても良い。

[0076]無機化合物の微粒子としては、珪素を含む化合物、二酸化珪素、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化ジルコニウム、炭酸カルシウム、酸化錫、酸化亜鉛、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、タルク、クレイ、焼成カオリン、焼成ケイ酸カルシウム、水和ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム及びリン酸カルシウム等が好ましく、更に好ましくは、ケイ素を含む無機化合物や酸化ジルコニウムであるが、セルロースエステル積層フィルムの濁度を低減できるので、二酸化珪素が特に好ましく用いられる。

【0077】また有機微粒子としては、ボリメタアクリル酸メチルアクリレート樹脂粉末、アクリルスチレン系樹脂粉末、ポリメチルメタクリレート樹脂粉末、シリコン系樹脂粉末、ボリスチレン系樹脂粉末、ボリカーボネート樹脂粉末、ベンゾグアナミン系樹脂粉末、メラミン系樹脂粉末、ボリオレフィン系樹脂粉末、ボリエステル系樹脂粉末、ボリアミド系樹脂粉末、ボリイミド系樹脂粉末、あるいはボリ弗化エチレン系樹脂粉末等を挙げることができるが、特にこれらに限定されない。

[0078]また、二酸化ケイ素のような微粒子は有機 物によって表面処理されていることが、フィルムのヘイ

14

ズを低下できるため好ましい。表面処理で好ましい有機物としては、ハロシラン類、アルコキシシラン類、シラザン、シロキサンなどがあげられる。 微粒子の平均径が大きいほうがマット効果は大きく、平均径の小さいほう

が透明性に優れるため、好ましい微粒子の一次粒子の平 均径は5~50nmでより好ましくは7~20nmであ

る。 これらの微粒子はフィルム中では、通常、凝集体と 10 して存在しフィルム表面に 0.01~1.0μmの凹凸

を生成させることが好ましい。二酸化ケイ素の微粒子と しては、例えば、アエロジル(株)製のAEROSIL

200, 200V, 300, R972, R972V, R 974, R202, R812, OX50, TT600t

どがあげられ、好ましくはAEROSIL 200V、 R972V、R974、R202、R812などがあげ

やはり透過型電子顕微鏡(倍率50万〜200万倍)を 用い、粒子の観察を行い、粒子100個を観察し、その 平均値をもって、1次平均粒子径とする。

【0080】との目的で用いられるマット剤の含有量は、質量でセルロースエステルに対して0.005~0.3%が好ましい。

[0081] セルロースエステルフィルムの光学異方層を設ける側の表面をできるだけ平滑にする必要がある場合は、あえてフィルムに微粒子を添加せずに、光学異方層側とは反対の面に微粒子を含む塗布層、バックコート層等を設けて、滑り性を改善することができる。

[0082]本発明のセルロースエステルフィルム、光学補償フィルムでは、更に好ましくはロール状に巻かれた長尺フィルム(支持体)の表裏面同士の動摩擦係数が1.0以下であるととが好ましく、更に好ましくは、

0.4以下である。そのため、長尺フィルム(支持体)に微粒子を添加してフィルムの表裏面同士の動摩擦係数が0.4以下とすることができる。このため、支持体が、少なくとも一方の面の表面層に微粒子を有する積層構造を有していてもよい。微粒子の添加により、ヘイズが増加することがあるが、本発明で用いられる支持体はヘイズが1%以下であることが好ましく、更に0.5%以下であることが好ましく、特に0.1%以下であることが好ましい。

【0083】例えば、支持体の少なくとも一方の面の表面に微粒子を含む層を設けることによって、長尺ロールフィルムの支持体上に2層以上の配向層及び重合性液晶性化合物層を設け、所望の配向を有する光学補償シートを提供することができる。

【0084】即ち、微粒子を含む塗布組成物を支持体の 一方の面に塗設し、バックコート層とすることで、摩擦 50 係数を低減させることができる。好ましくはバックコー ト層は重合性液晶層を設ける前に塗設されていることが 好ましい。

15

【0085】バックコート層は樹脂中に微粒子を混合分散した塗布液を支持体の一方の面に塗設する事で得られる。

【0086】バックコート層に含ませる微粒子としては、無機化合物の微粒子または有機化合物の微粒子が挙げられる。

[0087] 微粒子の、見掛比重としては、70g/yットル以上が好ましく、更に好ましくは、 $90\sim200$ 10 g/yットルであり、特に好ましくは、 $100\sim200$ g/yットルである。見掛比重が大きい程、高濃度の分散液を作ることが可能になる。

【0088】1次粒子の平均径が20nm以下、見掛比重が70g/リットル以上の二酸化珪素微粒子は、例えば、気化させた四塩化珪素と水素を混合させたものを1000~1200°Cにて空気中で燃焼させることで得ることができ、例えばアエロジル200V、アエロジルR972V(以上日本アエロジル(株)製)の商品名で市販されており、それらを使用することができる。

[0089] 《分散方法》二酸化珪素等の微粒子を溶剤などと混合して分散するときの微粒子の濃度は5~30質量%が好ましく、10~25質量%がさらに好ましく、15~20質量%が最も好ましい。分散濃度は高い方が、添加量に対する液濁度は低くなる傾向があり、ヘイズ、凝集物が良化するため好ましい。

【0090】使用される溶剤は低級アルコール類としては、好ましくはメチルアルコール、エチルアルコール、プロビルアルコール、イソプロビルアルコール、ブチルアルコール等が挙げられる。低級アルコール以外の溶媒 30としては特に限定されないが、セルロースエステルの製膜時に用いられる溶剤を用いることが好ましい。

【0091】バックコート層のバインダーに対する微粒子の添加量は樹脂100質量部に対して、微粒子は0.01~0.3質量部が好ましく、0.05~0.2質量部がさらに好ましく、0.08~0.12質量部が最も好ましい。添加量は多い方が、動摩擦係数に優れ、添加量が少ない方がヘイズが低く、凝集物も少ない点が優れている。

【0092】分散機は通常の分散機が使用でき、セルロースエステルに対する二酸化珪素微粒子の分散のところで記載したメディア分散機またはメディアレス分散機があげられる。二酸化珪素微粒子の分散にはメディアレス分散機がヘイズが低く好ましい。具体的には、前述した、支持体に微粒子を分散、添加する際に用いられる分散機が挙げられる。

【0093】バックコート層はブロッキング防止効果も有するが、特に支持体の一方の面にのみに配向膜及び重合性液晶層を設けた場合は、カールを防止する効果を持たせることが望まれる。

【0094】本発明のセルロースエステルフィルムには、目的に応じて添加剤をフィルムの厚み方向で分布を持たせても良い。この場合分布を持たせる製造方法としては、共流延を用いることができる。

16

【0095】共流延とは、2つ以上のスリットを有する ダイ内で合流させ2層以上の層構成にする同時多層流延 方法、異なったダイを通じて2層以上の層構成にする逐 次多層流延方法、同時多層流延と逐次多層流延とを組み 合わせた多層流延方法のいずれであっても良い。

[0096] それぞれのドープ中の各種添加剤量を変えることによって、フィルム厚み方向での該添加剤量の分布を持たせることができる。ここでいう添加剤とは、前出の可塑剤、マット剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、染料等を指す。

[0097] 可塑剤量に分布を持たせる場合、おもに内部の可塑剤量を多くすることによって、より優れたフィルムの透湿性を確保することができ、かつ工程への飛散が抑えられて好ましい。厚み方向中央部分の可塑剤量を100質量%とした場合、フィルムの表裏面近傍は100質量%未満が好ましく、さらに好ましくは80質量%から99質量%である。ここでいう表裏面近傍とは、表面から深さ5μmまでの領域を意味する。

【0098】紫外線吸収剤の場合も同様で、内部の添加量を多くすることによって工程汚染が抑制されて好ましい。厚み方向中央部分の紫外線吸収剤量を100質量%とした場合、フィルムの表裏面近傍は100質量%未満が好ましく、さらに好ましくは80質量%から99質量%であることがより好ましい。

【0099】マット剤は、おもにフィルムの取り扱い性 向上やロール状フィルムの品質安定化等に効果がある一 方、偏光板貼合時のケン化剤などによるマット剤自体の 流出や、それに伴う平面性の悪化の原因ともなりうる。 また、延伸処理などでフィルム厚みが小さくなる際にマ ット剤がより表面に出やすくなり、その後の塗布や貼合 といった処理に悪い影響を及ぼすことがあった。そうい った観点から、本発明ではマット剤を含有する層をどち らか一方の面にのみ含有させることが好ましい。特に偏 光板に貼合される面に対して反対の面あるいは塗布層を 形成する面に対して反対の面であることがよりその効果 を発揮する。また、マット剤は一般的に不透明な球状粒 子であるため、フィルム全体に多く含有されるとヘイズ 値が高くなる問題がある。しかし、この方法で一方の面 にのみ含有させることで、ヘイズ値を低く抑えることも 可能となり有効である。

【0100】本発明のセルロースエステルフィルムは、 両端部にエンボス加工を付与させた長尺ロールを提供す ることが出来る。これにより、ロール状に巻かれた長尺 フィルム上に、配向膜を付与する際、あるいはさらに重 合性液晶性化合物を塗設する際に生じていたムラを著し く減少させることが出きる。

これらに限定されるものではない。

【0101】エンボス加工の幅は5~40mmが好まし く、より好ましくは7~15mmである。フィルム端部 から0~50mmの部分にエンボス加工が施されている ことが好ましく、エンボスの形態は問わないが、一ヶ所 に加工するエンボスの条数は、一条でも二条でもそれ以 上であってもかまわない。両端部になされていることが 特に好ましい。

【0 1 0 2 】エンボス加工の高さは2~80 µmである ことが好ましく、更に5~50μmであることが好まし く、7~25μmであることが特に好ましい。エンボス 10 加工は高すぎると巻き乱れや、ロール端部の盛り上がり など、フィルム端部にひずみを与えてしまうため好まし くない。又、低すぎると配向の乱れを抑制する効果に乏 しくなる。樹脂フィルム厚みの1~25%の範囲で高さ を調節することが好ましい。

【0103】エンボス加工の各条の突起として観察され る部分のエンボス加工部全体に対する面積の割合が、1 5~50%程度が好ましく、これらの各条に含まれる突 起が不連続なものである場合にはその数は 1 c m² あた り10~30個程度であるのが好ましい。

【0104】エンボス加工は、通常、金属やゴムなどの バックロール上でフィルムに刻印の刻まれたエンボスリ ングを押し当てることで、加工できる。加工は常温でも 可能であるが、Tg+20°C以上、融点(Tm)+30 ℃以下で加工するのが好ましい。

【0105】アンチカール機能の付与は、具体的には支 持体として用いる樹脂フィルム基材を溶解させる溶媒又 は膨潤させる溶媒を含む組成物を塗布することによって 行われる。用いる溶媒としては、溶解させる溶媒又は膨 潤させる溶媒の混合物の他、さらに溶解させない溶媒を 30 含む場合もあり、これらを樹脂フィルムのカール度合や 樹脂の種類によって適宜の割合で混合した組成物及び塗 布量を用いて行う。

【0106】バックコート層側へのカールを強めたい場 合は、用いる溶媒組成を溶解させる溶媒又は膨潤させる 溶媒の混合比率を大きくし、溶解させない溶媒の比率を 小さくするのが効果的である。この混合比率は好ましく は(溶解させる溶媒又は膨潤させる溶媒): (溶解させ ない溶媒) = 10:0~1:9で用いられる。このよう な混合組成物に含まれる、樹脂フィルム基材を溶解又は 40 膨潤させる溶媒としては、例えば、ベンゼン、トルエ ン、キシレン、ジオキサン、アセトン、メチルエチルケ トン、N、N-ジメチルホルムアミド、酢酸メチル、酢 酸エチル、トリクロロエチレン、メチレンクロライド、 エチレンクロライド、テトラクロロエタン、トリクロロ エタン、クロロホルムあるいはN-メチルピロリドン、 1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノンなどがある。 溶解させない溶媒としては、例えば、メタノール、エタ ノール、n ープロピルアルコール、i ープロピルアルコ ール、n-ブタノールなどがあるが、溶媒としては特に 50 ド、ポリアミド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルエ

【0107】これらの塗布組成物をグラビアコーター、 ディップコーター、ワイヤーバーコーター、リバースコ ーター、押し出しコーター等を用いて樹脂フィルムの表 面にウェット膜厚1~100μm塗布するのが好まし く、特に5~30μmであると良い。

18

【0108】バックコート層に用いられる樹脂として は、例えば塩化ビニル/酢酸ビニル共重合体、塩化ビニ ル樹脂、酢酸ビニル樹脂、酢酸ビニルとビニルアルコー ルの共重合体、部分加水分解した塩化ビニル/酢酸ビニ ル共重合体、塩化ビニル/塩化ビニリデン共重合体、塩 化ビニル/アクリロニトリル共重合体、エチレン/ビニ ルアルコール共重合体、塩素化ポリ塩化ビニル、エチレ ン/塩化ビニル共重合体、エチレン/酢酸ビニル共重合 体等のビニル系重合体あるいは共重合体、ニトロセルロ ース、セルロースアセテートプロピオネート、ジアセチ ルセルロース、トリアセチルセルロース、セルロースア セテートフタレート、セルロースアセテートブチレート 樹脂等のセルロースエステル系樹脂、マレイン酸および 20 /またはアクリル酸の共重合体、アクリル酸エステル共 重合体、アクリロニトリル/スチレン共重合体、塩素化 ポリエチレン、アクリロニトリル/塩素化ポリエチレン /スチレン共重合体、メチルメタクリレート/ブタジエ ン/スチレン共重合体、アクリル樹脂、ポリビニルアセ タール樹脂、ポリピニルブチラール樹脂、ポリエステル ポリウレタン樹脂、ポリエーテルポリウレタン樹脂、ポ リカーボネートポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、 ポリエーテル樹脂、ポリアミド樹脂、アミノ樹脂、スチ レン/ブタジエン樹脂、ブタジエン/アクリロニトリル 樹脂等のゴム系樹脂、シリコーン系樹脂、フッ素系樹 脂、ポリメチルメタクリレート、ポリメチルメタクリレ ートとポリメチルアクリレートの共重合体等を挙げるこ とができるが、これらに限定されるものではない。特に 好ましくはジアセチルセルロース、セルロースアセテー トプロピオネートのようなセルロース系樹脂層である。 【0109】バックコート層は、樹脂フィルム基材の反 対側に光学的機能性層(配向層、重合性液晶層等)を塗 設する前に塗設されていることが望ましいが、重合性液 晶層塗設後に塗設する事もできる。

【0110】本発明のセルロースエステルフィルムには 直接または他の層を介して、ラビング処理などによって 配向層を設けることができる。

【0111】本発明に係るラビング処理された配向層 は、セルロースエステルフィルム上に配置され、その上 に塗設された光学異方層を配向させ、固定化するために 用いられる。

【0112】ととで、配向層を構成する材料について説 明する。具体的には、以下の樹脂が挙げられるがこれら に限定されない。例えば、ポリイミド、ポリアミドイミ

ーテルケトン、ボリエーテルケトン、ボリケトンサルファイド、ポリエーテルスルフォン、ポリスルフォン、ポリフェニレンサルファイド、ポリフェニレンオキサイド、ボリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリアセタール、ポリカーボネート、ポリアリレート、アクリル樹脂、ポリビニルアルコール、ポリブロピレン、セルロースエステル、エボキシ樹脂、フェノール樹脂等が挙げられる。

19

【0113】例えば、上記配向層を本発明のセルロース 10 エステルフィルム上に塗布、乾燥して層を設置した後、 ラビング処理することによって配向層を得ることができ る。

【0114】液晶性化合物の配向のための配向層として広く用いられているボリイミド膜(好ましくは弗素原子含有ボリイミド)も配向膜として好ましい。これはボリアミック酸(例えば日立化成(株)製のLQ/LXシリーズ、日産化学(株)製のSEシリーズ等)を塗布し、熱処理後、ラビングすることにより得られる。

【0115】前記ラビング処理は、LCDの液晶配向処 20 理工程として広く採用されている処理方法を利用することができる。即ち、配向膜の表面を、紙やガーゼ、フェルト、ゴム或いはナイロン、ポリエステル繊維などを用いて一定方向に擦ることにより配向を得る方法を用いることができる。一般的には、長さ及び太さが均一な繊維を平均的に植毛した布などを用いてラビングを行うことにより実施される。

【0116】本発明に係る光学異方層について説明する。本発明に係る光学異方層は、配向層の上に設けられ、液晶性化合物が配向された状態で固定化されて形成 30 される。

 $\{0117\}$ 光学異方層の厚さは、それを構成する液晶性化合物の複屈折の大きさ、および液晶性化合物の配向状態によって異なるが、膜厚は 0.2μ m以上 5μ m以下、好ましくは 0.4μ m以上 3μ m以下である。これよりも光学異方層の厚さが薄いと目的とする光学異方性が得られにくくなり、一方前述の範囲よりも光学異方性が厚いと必要以上の光学異方性がかえって視野角特性を劣化しやすくなったり、別の課題としては光学補償フィルムがカールしやすくなることが多い。

[0118] 本発明に係る光学異方層は、セルロースエステルフィルム支持体に対して少なくとも1層設けることができる。また、光学補償フィルムはさまざまな液晶ディスプレイのモードに対して適切な補償を与えるよう設けることができる。

【0119】本発明のセルロースエステルフィルムは特別な光学特性を有するため、該支持体上に塗設する液晶層は1層用いるだけども充分な視野角特性を有する液晶パネルの作製が可能なので、その結果として、低コスト化、生産性上のメリットが極めて大きい。

【0120】また、本発明の光学補償フィルムは、駆動用液晶セルを挟むように配置されて、1対の偏光子のどちらか一方の面あるいは両方に少なくとも1枚を配置することができる。

20

【0121】さらに、光学異方層は本発明のセルロース エステルフィルム上に直接または配向層などを介して塗 設してもよく、接着層を介してもよい、また、偏光板保 護フィルムに前記のような光学異方層を塗設したもの を、本発明のセルロースエステルフィルムに張り合わせ ても良い。

【0122】液晶表示装置が特にツイステッドネマティック型(TN型)液晶表示装置である場合、TN型液晶セルに最も近い面に前記光学補償フィルムのセルロースエステルフィルム支持体面が接触する方向に貼合し、かつ該光学補償フィルムのセルロースエステルフィルム支持体の面内の最大屈折率方向が、光学補償フィルムに隣接する面のネマティック液晶の配向方向と実質的に直交した方向に貼合することが本発明の目的を効果的に発現できる。実質的に直交とは、90°±5°であるが、特に90°±1°にすることが好ましい。

【0123】本発明に係る光学異方層においては、配向し固定化された液晶の平均チルト角が、光学異方層の断面方向から観察した場合、斜めであることが好ましく、チルト角は光学異方層の厚さ方向に対して一定であってもよく、厚さ方向に対して配向角度が変化してもよい。平均チルト角はディスプレイの視野角を補償するため、ディスプレイの設計により異なるが、15°以上50°以下であることが特にTN型液晶表示装置に適応する場合において好ましい。光学異方層を構成する液晶性化合物のチルト角は、より好ましくは厚さ方向に対して変化し、該チルト角が配向膜側から増加または減少して変化することが本発明においてはより効果的である。

【0124】また、本発明においては、光学異方層の最大屈折率方向をセルロースエステルフィルム支持体面に投影した方向が、該セルロースエステルフィルム支持体のny方向と実質的に等しいことが好ましい。 ここで、ny方向と実質的に等しいとは、これら2つの方向の軸のなす角度が±2°以内であることを意味する。

【0125】本発明に係る液晶性化合物について説明する。ここでいう液晶性化合物とは、配向した状態で固定化して光学異方層とすることを目的として使用される。 【0126】本発明に係る液晶性化合物は、液晶性化合物が配向できるものであれば特に限定されるものではなく、配向によって可視光領域で光散乱することなく光学的に異方性が付与される。

【0127】本発明に係る液晶性化合物が高分子液晶である場合、例えば、登録2592694号、同2687035号、同2711585号、同2660601、特開平10-186356号、特開平10-20663750号、同10-333134号に記載の化合物を用いるこ

とができ、特に光学的に正の複屈折性を有するものが好ましい。

【0128】本発明に係る液晶性化合物が高分子液晶以外の液晶性化合物としては、一般に棒状の液晶性化合物が挙げられ、光学的に正の複屈折性を示す液晶性化合物が好ましく、更に好ましくは不飽和エチレン性基を有する正の複屈折性の液晶性化合物が配向の固定化の観点から好ましく、例えば特開平9-281480号、同9-281481号記載の構造の化合物が挙げられるが特に限定されない。

【0129】本発明に係る液晶性化合物の構造は特に限定されないが、光学異方性を発現させるために液晶分子を配向させた状態で化学反応または温度差を利用した処理により液晶性化合物の配向が固定化された状態で用いることが求められる。

【0130】上述のような配向層を透明樹脂基板上に設置しその上に液晶性化合物を塗設して配向処理が行われることが好ましい。液晶性化合物の配向処理は、液晶転移温度以上に加熱することが好ましく、液晶転移温度は透明樹脂基板を変質させない温度以下で処理することが20好ましい。また、本発明に係る液晶性化合物が高分子液晶である場合、高分子液晶の配向を行うためには、高分子液晶のガラス転移温度以上の温度処理を行うことが好ましい。

【0131】また、液晶性化合物と有機溶媒を含む溶液を調製し、その溶液を塗布、乾燥して光学異方層を作製する場合、液晶転移温度以上に加熱しなくても該温度以下で液晶性化合物の配向処理をすることも可能である。【0132】本発明に係る液晶性化合物が液晶性高分子である場合、その化合構造としては主鎖型の液晶性高分子である場合、ボリエステル、ボリイミド、ボリアミド、ボリエステル、ポリカーボネート、ボリエステルイミド等が挙げられる。又、側鎖型の液晶性高分子、例えばポリアクリレート、ボリメタクリレート、ボリシロキサン、ポリマロネート等を用いてもよい。

【0133】液晶性化合物を含む溶液を塗布した場合、 塗布後、溶媒を乾燥して除去し、膜厚が均一な液晶層を 得るととができる。液晶層は、熱または光エネルギーの 作用、または熱と光エネルギーの併用で化学反応によっ て、液晶の配向を固定化することができる。特に高分子 液晶性化合物ではないモノメリックな液晶性化合物は一 般に粘度が低く、熱的が外因によって液晶の配向が変化 しやすいため、光重合性開始剤を用いて、重合性液晶性 化合物を光ラジカル反応等で硬化反応を実施して固定化 することができる。

[0134] 本発明において、液晶性化合物の配向を固定化するとき、重合性基としてエチレン性不飽和基を用いた場合、光重合開始剤を使用することが反応の活性を上げることで製造時の硬化時間を短縮できる。光重合用のラジカル発生のための活性線としては、電子線、紫外

線、可視光線、赤外線(熱線)を必要に応じて用いると とができるが、一般的には、紫外線が好ましい。

22

【0135】一方、エチレン性不飽和基の重合反応のた めのラジカル重合開始剤は、例えばアゾビス化合物、バ ーオキサイド、ハイドロパーオキサイド、レドックス触 媒など、例えば過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、 tert-ブチルパーオクトエート、ベンゾイルパーオ キサイド、イソプロピルパーカーボネート、2,4-ジ クロルベンゾイルバーオキサイド、メチルエチルケトン 10 パーオキサイド、クメンハイドロパーキサイド、ジクミ ルパーオキサイド、アゾビスイソブチロニトリル、2, 2′-アゾビス(2-アミジノプロパン)ハイドロクロ ライド或いはベンゾフェノン類、アセトフェノン類、ベ ンゾイン類、チオキサントン類等を挙げることができ る。これらの詳細については「紫外線硬化システム」総 合技術センター、63頁~147頁、1989年等に記 載されている。又、エポキシ基を有する化合物の重合に は、紫外線活性化カチオン触媒として、アリルジアゾニ ウム塩 (ヘキサフルオロフォスフェート、テトラフルオ ロボラート)、ジアリルヨードニウム塩、VIa族アリロ ニウム塩(PF。、AsF。、SbF。のようなアニオン をもつアリルスルホニウム塩)が一般的に用いられる。 【0136】また、ラジカル反応を用いて硬化反応を行 う場合、空気中の酸素の存在による重合反応の遅れをさ けるために窒素またはアルゴンなどの不活性ガス雰囲気 下で上記活性線を照射することが、反応時間の短縮化と 少ない光量で硬化できる点で好ましい。

[0137]一方、液晶性化合物が高分子液晶である場合、上記化学反応による硬化反応を実施して液晶の配向を固定しなくてもよい。これは、セルロースエステルフィルムが熱によって変質しない温度範囲で、高分子液晶性化合物が液晶転移温度を示す場合、配向膜上に高分子液晶を塗布して設置した後、液晶転移温度範囲内に加熱し配向させた後、ガラス転移温度よりも低い温度まで冷却することによって液晶の配向が維持される。

【0138】また、高分子液晶のガラス転移温度がセルロースエステルフィルムの耐熱性温度よりも高い場合は、別の耐熱性支持体上に前記配向膜を設置し高分子液晶を塗設後、高分子液晶のガラス転移温度以上に加熱し配向させることができる。これを室温に放冷し高分子液晶の配向を固定化したのち本発明の支持体に接着剤を用いて転写して光学異方層を作製することができる。

[0139] 本発明に用いられる溶出ブロック層について説明する。本発明のセルロースエステルフィルム支持体と配向層との接着性向上と配向阻害防止のために、溶出ブロック層が設けられることが好ましい。

[0140] 溶出ブロック層とは、配向層や液晶性化合物を塗設する際、とれらの有機溶媒溶液として塗設する場合、有機溶媒の存在によりセルロースエステルフィルム支持体から配向層あるいは液晶性化合物が存在する光

学異方層へ、セルロースエステルフィルム支持体を構成する化合物の何れかが溶出するのを抑制することを意味する。薄膜として配向層や液晶性化合物の層を設置する場合、これらの化合物の有機溶媒溶液を調製して塗布することは好ましい手法である。しかしながら、特にセルロースエステルフィルムなどの樹脂は可塑剤やその他の添加剤を含むことが多く、これらの溶出により液晶の配向を阻害することがある。

[0141] そのため、配向層の下引きとして、前述の 有機溶媒に不溶もしくは溶けにくい溶媒に溶解する樹脂 10 を設置することにより、塗設時の層間拡散、層間混溶を 抑制することが可能となる。溶質ブロック層としては水 溶性ポリマーあるいは活性線硬化樹脂が好ましく用いら わる

【0142】本発明のセルロースエステルフィルム支持体に水溶性ポリマー、例えば、有機酸基含有ポリマーを含有する溶出ブロック層を設けることは、セルロースエステルフィルム支持体と配向層との接着性向上の観点から、製造上メリットが大きく効果的である。

[0143] 有機酸基含有ボリマーは、ボリマー側鎖に 20 有機酸基を有する構造が挙げられるが特に限定されない。有機酸基としては、例えば一COOH基が上げられる。このような化合物例としては特に限定されることはないが、例えば特開平7-333436号記載の一般式 [1] または一般式 [2] で示される構造が挙げられる。-COOH基の水素は、アンモニア、アルカリ金属カチオン(ナトリウムカチオン、リチウムカチオン)で置換されていてもよい。有機酸基をもつボリマーを構成するモノマー単位としては、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸などが挙げられる。また、無水マレイン酸を共重合モノマーとして高分子量化したのち、酸無水環を開環させて有機酸基を得てもよい。

【0144】さらに本発明に係る溶出ブロック層の形態 として活性線硬化樹脂層の設置がある。特に紫外線硬化 樹脂が好ましく用いられる。

【0145】活性線硬化性樹脂は、重合可能なビニル基、アリル基、アクリロイル基、メタクリロイル基、イソプロペニル基、エボキシ基等の重合性基を二つ以上有するもので、活性エネルギー線に照射により架橋構造または網目構造を形成するものが好ましい。これら活性基のうちアクリロイル基、メタクリロイル基またはエボキシ基が重合速度、反応性の面から好ましく多官能モノマーまたはオリゴマーが好ましい。例として紫外線硬化型のアクリウルレタン系樹脂、ポリエステルアクリレート系樹脂、エボキシアクリレート系樹脂、ポリオールアクリレート系樹脂が好ましく用いられる。

【0146】紫外線硬化樹脂としては、例えば、紫外線 硬化型アクリルウレタン系樹脂、紫外線硬化型ポリエス テルアクリレート系樹脂、紫外線硬化型エポキシアクリ レート系樹脂、紫外線硬化型ポリオールアクリレート系 樹脂、又は紫外線硬化型エポキシ樹脂等を挙げるととが 出来る。

【0147】紫外線硬化型アクリルウレタン系樹脂は、一般にポリエステルポリオールにイソシアネートモノマー、もしくはプレポリマーを反応させて得られた生成物に更に2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート(以下アクリレートにはメタクリレートを包含するものとしてアクリレートのみを表示する)、2-ヒドロキシプロビルアクリレート等の水酸基を有するアクリレート系のモノマーを反応させることによって容易に得ることが出来る(例えば特開昭59-151110号)。

【0148】紫外線硬化型ポリエステルアクリレート系樹脂は、一般にポリエステルポリオールに2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシアクリレート系のモノマーを反応させることによって容易に得ることが出来る(例えば、特開昭59-151112号)。

【0149】紫外線硬化型エポキシアクリレート系樹脂の具体例としては、エポキシアクリレートをオリゴマーとし、これに反応性希釈剤、光反応開始剤を添加し、反応させたものを挙げることが出来る(例えば、特開平1-105738号)。この光反応開始剤としては、ベンゾイン誘導体、オキシムケトン誘導体、ベンゾフェノン誘導体、チオキサントン誘導体等のうちから、1種もしくは2種以上を選択して使用することが出来る。

【0150】また、紫外線硬化型ポリオールアクリレー ト系樹脂の具体例としては、トリメチロールプロパント リアクリレート、ジトリメチロールプロパンテトラアク リレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、ペ ンタエリスリトールテトラアクリレート、ジベンタエリ スリトールヘキサアクリレート、アルキル変性ジベンタ エリスリトールペンタアクリレート等を挙げることが出 来る。これらの樹脂は通常公知の光増感剤と共に使用さ れる。また上記光反応開始剤も光増感剤としても使用出 来る。具体的には、アセトフェノン、ベンゾフェノン、 ヒドロキシベンゾフェノン、ミヒラーズケトン、α-ア ミロキシムエステル、チオキサントン等及びこれらの誘 導体を挙げることが出来る。また、エポキシアクリレー ト系の光反応剤の使用の際、n-ブチルアミン、トリエ チルアミン、トリーnープチルホスフィン等の増感剤を 用いることが出来る。塗布乾燥後に揮発する溶媒成分を 除いた紫外線硬化性樹脂組成物に含まれる光反応開始剤 または光増感剤は該組成物の0.5~5質量%であると とが特に好ましい。

【0151】紫外線硬化性樹脂組成物塗布液の塗布方法としては、グラビアコーター、スピナーコーター、ワイヤーバーコーター、ロールコーター、リバースコーター、押出コーター、エアードクターコーター等公知の方法を用いることが出来る。活性線硬化樹脂層の硬化後の

膜厚は0.05μm以上30μm以下が適当で、好ましくは、0.1~15μmである。この乾燥膜厚が薄すぎると溶出ブロック性が低下し、また乾燥膜厚が厚すぎるとフィルムがカールしやすくなり、取り扱いが困難になる。

【0152】溶出ブロック層の塗布溶媒について説明する。セルロースエステルフィルム支持体を構成する樹脂あるいは可塑剤を溶解する有機溶媒よりも、むしろ、それらが溶解しにくいか、または、不溶な溶媒を溶出ブロック層の塗布溶媒として選択することが本発明の目的に 10とって好ましい。

【0153】本発明の溶出ブロック層を塗設するための 溶媒としては、水、アルコール類、ケトン類、エステル 類、グリコールエーテル類、その他の溶媒を混合して使 用することができる。アルコール類としては、メタノー ル、エタノール、n – プロピルアルコール、iso – プ ロピルアルコール、n-ブタノール、2-ブタノール、 tert-ブタノール、ペンタノール、2-メチルー2 - ブタノール、シクロヘキサノール等が挙げられ、ケト ン類としては、アセトン、メチルエチルケトン、メチル イソブチルケトン、シクロペンタノン、シクロヘキサノ ン等が挙げられ、エステル類としては、蟻酸メチル、蟻 酸エチル、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸イソプロピ ル、酢酸アミル、乳酸エチル、乳酸メチル等が挙げら れ、グリコールエーテル (С1~С4) 類としては、メ チルセルソルブ、エチルセルソルブ、プロピレングリコ ールモノメチルエーテル (PGME)、プロピレングリ コールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノ -n-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノイ ソプロピルエーテル、プロピレングリコールモノブチル エーテル、又はプロビレングリコールモノ(C 1 ~C 4) アルキルエーテルエステル類としては、プロピレン グリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレン グリコールモノエチルエーテルアセテート、その他の溶 媒としてメチレンクロライド、N-メチルピロリドンな どがあげられる。特にこれらに限定されるものではな

【0154】溶出ブロック層の樹脂の分子量は高い方が 配向層や液晶層への拡散がし難い観点から好ましく、数 平均分子量が80万以上であることが好ましい。

【0155】この溶出ブロック層は、セルロースエステルフィルム支持体からの可塑剤、紫外線吸収剤などの添加剤の溶出を防止する目的の他に、当該支持体と光学異方層または配向層との密着性を向上させて剥離するのを防止する機能をも求められる。当該目的のためには、セルロースエステルフィルム支持体において、プラズマ処理を行うことが効果的である。セルロースエステルフィルムを搬送しながらブラズマ処理を行うことは、連続的に処理が可能であり、特に真空にすることなく大気圧下で、反応性のガス雰囲気下で該処理を行うことは、フィ

ルム表面上に必要な反応を行うことが出来るので好まし い

26

【0156】反応性のガスとしては特に限定されるものではないが、希ガス、窒素、酸素、水素、一酸化炭素、二酸化炭素、一酸化炭素、二酸化炭素、過酸化水素、オゾン等が挙げられる。本発明においてプラズマ処理とは、プラズマ放電を利用することであり、放電によりプラズマ状態を発生させることである。好ましくは、少なくとも2つの対向する電極に電圧を印加することによって行なう。

【0157】本発明において処理系とは、前記反応性ガス存在下プラズマ放電を行なう処理空間のことであり、具体的には壁等で仕切りを設けて隔離した処理室のことである。前記処理室の気圧を真空に近い0.007hPa~27hPaで行なう真空プラズマ放電処理の場合には、反応性ガスの導入を調整する必要がある。処理速度を増加させるためには、電極に印加する電圧を高くする必要があるが、電界強度を上げすぎると被処理体にダメージを与える場合があり、注意が必要である。

[0158]また、別の様態として、前記処理室の気圧を大気圧もしくは大気圧近傍で行なう大気圧プラズマ処理の場合には、処理室に導入する気体として、前記反応性ガス以外に不活性ガスを導入することが、安定な放電を発生させる上で好ましい。大気圧もしくは大気圧近傍とは、133~1064hPaの圧力下のことであり、好ましくは931~1037hPaの範囲である。

[0159] 不活性ガスはプラズマ放電により反応を起こさせない気体のことであり、アルゴンガス、ヘリウムガス、キセノンガス、クリプトンガスがある。この中で好ましいガスはアルゴンガスまたはヘリウムガスである。大気圧プラズマ処理時に処理室に導入する不活性ガスは90%以上に調整することが、放電を安定に発生させる観点から好ましい。印加する電圧高くすると処理速度を上げることができるが、電界強度を上げすぎると被処理体にダメージを与えることになるので注意が必要である。

【0160】しかし、前記大気圧プラズマ処理であっても、パルス化された電界でプラズマを発生させる場合には、不活性ガスは必ずしも必要でなく、処理系における 反応性ガスの濃度を上げることが可能となり、生産効率を上げることができる。

【0161】本発明の偏光板、それを用いた本発明の液晶表示装置について説明する。本発明の偏光板に用いる 偏光子としては、従来公知のものを用いることができる。例えば、ボリビニルアルコールの如き親水性ボリマーからなるフィルムを、ヨウ素の如き二色性染料で処理して延伸したものや、塩化ビニルの如きブラスチックフィルムを処理して配向させたものを用いる。こうして得られた偏光子を、セルロースエステルフィルムによりラ50 ミネートする。

【0162】そして、倡光板は、本発明の光学補償フィ ルムを偏光子の少なくとも片側に積層したものとして構 成され、片側のみの場合は、他面に液晶層を塗設しない 本発明のセルロースエステルフィルム支持体やその他の 透明支持体もしくはTAC(トリアセテート)フィルム を使用してもよい。

27

【0163】この様にして得られた偏光板が、液晶セル のセル側一面に設けても良く、両面側に設けてもよい。 片側に設けられる場合、本発明の光学補償フィルムは偏 光子に対して液晶セルに近い方に貼りつけて、本発明の 10 液晶表示装置が得ることが出来る。

【0164】液晶表示装置に本発明の光学補償フィルム を設置する場合、駆動用液晶セルの両側に位置する一対 の基板の上下に配置された上側偏光子と下側偏光子が通 常構成されるが、このとき該基板と上側もしくは下側偏 光子のどちらか一方の間、または該基板と上側および下 側偏光子のそれぞれ間に本発明の光学補償フィルムを少 なくとも1枚設置されるが、低コスト化の観点と本発明 の目的を効果的に発現させるためには、表示装置とした 場合の観察者側の偏光子と駆動セル側との基板の間に本 20 発明の光学補償フィルムを 1 枚設置することが好まし

【0165】液晶表示装置が特にツイステッドネマティ ック型(TN型)液晶表示装置である場合、TN型液晶×

セルロースエステルA セルロースエステルB トリフェニルフォスフェート メチルフタリルエチルグリコレート チヌビン109(チバスペシャリティーケミカルズ(株)製) メチレンクロライド エタノール

(セルロースエステルフィルムの作製) 上記のように調 製したドープをダイからステンレスベルト(流延用支持 体ともいう)上にドープ温度30℃で流延し、ウェブを 形成した。ステンレスベルトの裏面から25℃の温度の 温水を接触させて温度制御されたステンレスベルト上で ウェブを1分間乾燥した後、更にステンレスベルトの裏 面に、15℃の冷水を接触させて15秒間保持した後、 ウェブをステンレスベルトからフィルムを剥離した。剥 離時のウェブ中の残留溶媒量は100質量%であった。 【0170】次いでテンターを用いて剥離したウェブの 両端をクリップで掴み、クリップ間隔を巾方向に変化さ せることで、表1に記載の延伸倍率までフィルムを延伸 した。その際のフィルム温度は140℃になるように調 整した。その後、乾燥過程で張力カット装置を導入した 部分を通過させることで、巻き取り張力を100N/m となるように調整した。このようにして膜厚100μm のセルロースエステルフィルム1-1~1-7を、各々

* セルに最も近い基板に前記光学補償フィルムのセルロー スエステルフィルム支持体面が接触する方向に光学補償 フィルムを貼合し、かつ光学補償フィルムのセルロース エステルフィルム支持体面内の最大屈折率方向が前記液 晶セルに最も近い基板のネマティック液晶の配向方向と 実質的に直交した方向に貼合することが本発明の目的を 効果的に発現できる。実質的に直交とは、90°±5° であるが、90°にすることが好ましい。

[0166]

【実施例】以下、実施例により本発明を説明するが本発 明はこれらに限定されない。

【0167】実施例1

《セルロースエステルフィルム1-1~1-7の作製》 下記のようにドーブを調製し、そのドープを用いてセル ロースエステルフィルムを作製した。

【0168】 (ドープの調製) 表1に記載の置換基およ び置換度を有するセルロースエステルAおよびBと、下 記の材料を所定量混合し、その混合物を密閉容器に入 れ、混合物をゆっくり攪拌しながら徐々に昇温し、60 分かけて45℃まで上げ溶解した。容器内を1.2気圧 に調整した。このドープを安積濾紙(株)製の安積濾紙 No. 244を使用して濾過した後、一晩そのまま放置 しドープを得た。

[0169]

A、B合計で100質量部

3 質量部 4 質量部 3質量部 455質量部

36質量部

1~1-7は、各々コア径200mmのガラス繊維強化 樹脂製のコアに巾1m、長さ1000mのフィルムロー ル状にテーパーテンション法で巻き取った。この際、フ ィルム端部に温度250℃のエンボスリングを押し当 て、フィルムの両端部に幅15mmで高さ10μmのエ ンボス加工を施して、フィルム同士の密着を防止した。 【0172】《セルロースエステルフィルムの光学特性 評価》得られたセルロースエステルフィルム1-1~1 40 - 7の各々について、フィルム面内方向のリターデーシ ョン値(R。(nm))、厚み方向のリターデーション 値(R、(nm)、R、/R。) 測定を自動複屈折計KO BRA-21ADH(王子計測機器(株)製)を用い て、23℃、55%RHの環境下で、波長が590nm における屈折率nx、ny、nzを求め、下記式に従っ て、R。およびR、を算出した。

[0173]

 $R_0 = (n x - n y) \times d$ $R_t = ((nx + ny)/2 - nz) \times d$

【0171】作製したセルロースエステルフィルム1- 50 ここで、(nxはフィルムの面内における遅相軸方向の

屈折率、n yはフィルム面内における進相軸方向の屈折率、n Z はフィルムの厚み方向の屈折率、d はフィルムの厚み (n m) をそれぞれ表す。)

但し、R。、R、の測定に当たり、幅手5点について各々、測定を実施し、それらのばらつきを評価した。5点の内訳は、フィルムの幅手中央部(C)、中央から左右*

* それぞれ200mmのところ(L1、R1)、および中央から左右400mmのところ(L2、R2)の5点である。

【0174】得られた結果を表2に示す。

[0175]

【表】】

	セルロースエステルA		セルロー	スエステルB	混合比(質量%)		幅延伸倍率	備考
セルロースエステルフィルム		ブロピオニル				В	倍	μ α ~- 9
1-1	2.88	_	2.72	_	10	90	1.15	本発明
1-2	2.88	_	2.52	_	30	70	1.15	本発明
1-3	2.88		1.90	0.70	50	50	1.20	本発明
1-4	2.88		1.90	0.70	40	60	1.10	本発明
1-5	2.88	_	1.90	0.70	20	80	1.15	本発明
1-6	2.88	_	_		100	_	1.15	比較例
1-7		_	1.90	0.70	-	100	1.15	比較例

[0176]

※ ※【表2】

	リターデー	ション特性	L2	L1	С	R1	R2	
	Ro	ng.	41	41	42	43	42	
1-1	Re	na	82	81	85	80	83	本発明
	R1/Ro		2.00	1.98	2.02	1.85	1.98	
	Ro	na	52	50	50	50	51	
1-2	Rt	ndi	50	48	46	47	48	本発明
	Rt/Ro		0.96	0.96	0.92	0.94	0.94	
	Ro	1393	56	55	56	56	57	
1-3	Rı	na na	73	72	74	73	73	本発明
1	Rt/Ro		1.30	1.31	1.32	1.30	1.28	1
	Ro	n ss	81	83	83	81	81	
1-4	Rt	រាធ	83	83	80	81	82	本発明
1	Rt/Ro		1.02	1.00	0.96	1.00	1.01	
	Ro	na	71	70	70	69	70	
1-5	Rt	na n	78	77	77	77	77	本発明
1	Rt/Ro		1.10	1.10	1.10	1.12	1.10	l
	Ro	กต	17	15	12	13	15	
1-6	Rt	nn	105	101	95	100	103	比較例
	R ₁ /R ₀		6.18	6.73	7.92	7.69	6.87	
	Ro	n:n	31	27	28	28	30	
1-7	Rı	nm	135	131	127	130	136	比較例
	R _L /R ₀	1	4.35	4.85	4.54	4.64	4.53	

【0177】表1、表2のセルロースエステルフィルム 1-1~1-5から、異なる置換度または異なる置換基 40 を有する2種類のセルロースエステルの混合比を変化させることにより、セルロースエステルフィルムの光学特性(R。、R、R。/R、比)を前記式(1)、(2)の範囲に入るように調整できることが判る。また、セルロースエステルフィルム1-6、1-7の作製条件から、本発明の範囲外の光学特性を与える作製条件についても知見を得ることが出来た。

【0178】実施例2

《セルロースエステルフィルム2-1~2-6の作製》 なった。攪拌しながら50℃まで温度を下け常圧に戻 下記のようにドープを調製し、そのドープを用いてセル 50 し、一晩そのまま放置しドープ1を得た。その後溶液を

ロースエステルフィルムを作製した。

【0179】(ドーブの調製)表3に記載の置換度を有するセルロースエステルAと酢酸メチルおよびアセトンを所定量混合し、それを二重構造の密閉容器に入れ、ゆっくり攪拌しながら外側のジャケットに冷媒を導入した。これにより内側容器内の混合物を-70℃まで冷却した。混合物が均一に冷却されるまで30分冷却した。密閉容器の外側のジャケット内の冷媒を排出し、代わりに温水をジャケットに導入。続いて内容物を攪拌し、40分かけて100℃まで上げた。容器内は2.5気圧となった。攪拌しながら50℃まで温度を下げ常圧に戻し、一晩そのまま放置しドープ1を得た。その後溶液を

安積滤紙 (株) 製の安積滤紙No. 244を使用して滤

31

過し、調製した。

【0180】一方、表3のセルロースエステルBと酢酸*

* エチルおよびアセトンを所定量混合し、同様の方法によ りドープ2を調整した。

20質量部

2 質量部

2質量部

16質量部

80質量部

1 質量部

2 質量部 184質量部

[0181]

(ドープ1の組成)

セルロースエステルA トリフェニルフォスフェート エチルフタリルエチルグリコレート

チヌビン109 (チバスペシャリティーケミカルズ (株) 製) 3 質量部

184質量部 酢酸メチル

エタノール

(ドープ2の組成)

セルロースエステル B

トリフェニルフォスフェート

エチルフタリルエチルグリコレート

酢酸メチル

エタノール

16質量部 ※ルトからウェブを剥離した。剥離時のウェブ中の残留溶

(セルロースエステルフィルムの作製)表3に記載のセ ルロースエステルフィルム2-1、2-3、2-5につ いては、セルロースエステルAを溶解したドープ1とセ キサーにより流延直前に混合することにより調製し、流 延製膜した。

【0182】また、表3に記載のセルロースエステルフ ィルム2-2、2-4、2-6については、ドープ1を 流延したあと、そのドープフィルム上に、各々、2秒 後、10秒後、30秒後にドープ2を流延する、いわゆ る共流延法を用いて流延製膜を行った。

【0183】上記の流延製膜においては、流延直前のド ープ温度を30℃とし、流延してウェブを形成後、ステ ンレスベルトの裏面から25℃の温度の温水を接触させ 30 光学特性評価を行った。得られた結果を、表4に示す。 **て温度制御されたステンレスベルト上でウェブを1分間** 乾燥した後、更に、ステンレスベルトの裏面に、15°C の冷水を接触させて15秒間保持した後、ステンレスベ※

媒量は100質量%であった。 【0184】次いでテンターを用いて剥離したウェブの ルロースエステルBを溶解したドープ2をインラインミ 20 両端をクリップで掴み、クリップ間隔を巾方向に変化さ せることで、表3に記載の延伸倍率までフィルムを延伸 した。その際のフィルム温度(延伸温度ともいう)は表 3に記載の温度とし、延伸部に入り口でのフィルム中の 残留溶媒量は、剥離からの搬送速度とバス長変更により 行った。更にローラ搬送しながら乾燥させ、膜厚80μ mのセルロースエステルフィルム2-1~2-6を各々 得た。

【0185】得られたセルロースエステルフィルム2-1~2-6の各々については、実施例1に記載と同様に

[0186]

【表3】

セルロースエステルフィルム	セルロー	スエステルA	セルロー	スエステルB	延伸温度	延伸部入り口 残留溶媒量	延伸倍率	備考
		プロピオニル	アセチル	プロピオニル	°C	質量%	倍	
2-1	2.88	_	2.68		150	30	1.15	本発明
2-2	2.88	-	2.65		120	20	1.15	本発明
2-3	1.85	0.90	1.90	0.70	110	13	1.15	本発明
2-4	1.85	0.90	1.90	0.70	160	25	1.15	本発明
2-5	2.60	_	1.85	0.90	130	10	1.15	本発明
2-6	2.88	_	1.90	0.70	140	5	1.15	本発明

【表4】

[0187]

	リターデー	ション特性	L2	L1	С	R1	R2	備考
	Ro	ពធ	64	64	64	66	64	
2-1	Rt	na	69	70	70	70	69	本発明
	Rt/Ro		1.08	1.09	1.09	1.06	1.08	
	Ro	an	50	49	48	49	49	
2-2	Rt	nn	67	67	65	66	66	本発明
	Rt/Ro		1.34	1.37	1.35	1.35	1.35	
	Ro	ne	43	42	43	43	43	
2-3	Rt	nm	60	59	60	60	60	本発明
	Rt/Ro		1.40	1.40	1.40	1.40	1.40	
	Ro	ផា	83	82	78	79	81	
2-4	Rt	מוח	77	75	77	75	75	本発明
	Rt/Ro		0.93	0.91	0.99	0.95	0.93	
	Ro	nm	54	54	52	53	53	•
2-5	Rı	ran	63	61	63	63	62	本発明
	Rt/Ro		1.17	1.13	1.21	1.19	1.17	
	Ro	n e	70	70	70	71	72	
2-6	Rt	nm	87	82	84	81	85	本発明
	R1/Ro	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	1.24	1.17	1.20	1.14	1.18	

【0188】表3、表4のセルロースエステルフィルム ム2-3~2-5から、各々、セルロースエステルの混 合比をA:B=20:80にした時に、延伸温度、残留 溶媒量、延伸倍率などの製膜条件の変化により、得られ るセルロースエステルフィルムの光学特性(Ro、Rt、 R。/R。)を前記式(1)、(2)の範囲に入るように 調整するための知見を得ることが出来た。

33

【0189】また、セルロースエステルフィルム2-6 の作製から、アセチル置換度、プロピオニル置換度が共 に異なるセルロースエステルを用いた場合に得られるセ ルロースエステルフィルムの光学特性(R。、Rt、R。 /R_t比)を前記式(1)、(2)の範囲に入るように 調整するための知見を得ることが出来た。

【0190】実施例3

《光学補償フィルムの作製》実施例1で作製したセルロ ースエステルフィルム1-1~1-7を用い、以下のよ ろにして光学補償フィルムを作製した。

(塗布溶液の組成)

89.5部 MEK 2部 化合物1 4部 化合物2 3部

イルガキュアー369 (チバスペシャリティーケミカルズ (株) 製)

【化1】

[0194]

*【0191】(液晶配向層の作製)上記セルロースエス 2-1~2-2から、また、セルロースエステルフィル 20 テルフィルムを支持体とし、直鎖アルキル変性ポリビニ ルアルコール (MP203;クラレ(株) 製)の水:メ タノール=60:40 (質量比) の1質量%溶液を作製 し、乾燥膜厚が0.2μmとなるように押し出しコーテ ィング機で塗布した。これらを80℃温風にて乾燥させ た後、ラビング処理を行い、配向層を形成した。

> 【0192】 (光学補償フィルム3-1~3-7の作 製)上記で作製した液晶配向層上に、下記に示す組成の 塗布溶液をワイヤバー#5を用いて塗設した。さらにこ れを55℃の無風状態で30秒乾燥、次いで75度、3 30 0秒熱処理を行い、98kPaで60秒間窒素パージし た後、酸素濃度0.1%条件下で450mJ/cmiの 紫外線により硬化させた膜を作製した。こうして1層の 光学異方層を有する光学補償フィルム3-1~3-7 を、各々得た。

> > 1.5部

[0193]

化合物1

$$c_{H_{2}}=c_{H}-c_{C}-o+c_{H_{2}}+c_{C}-o-c_{C}-c_{H_{2}}-c_{C}-o-c_{C}-c_{H_{2}}-c_{C}-$$

[0195]

* * 【化2】

化合物2

$$C_5H_{11}$$
 $O - C - CH_2 - C$

[0196] [化3] 化合物3

$$CH_2 = CH - \ddot{\ddot{C}} - O - \left(-CH_2 + \frac{O}{4} - O - \ddot{\ddot{C}} - CH = CH_2 \right)$$

[0197]上記で作製した光学補償フィルム $3-1\sim$ 3-7を以下のように評価した。

《光学補償フィルムの寸法安定性評価》 23 ± 3 °C、 5 ± 3 % R H の常温常湿雰囲気下における光学補償フィルムの寸法をそれぞれ L m d (n m セルロースエステルの流延方向)、 L t d (n m セルロースエステルの幅※

※方向)とし、80±3℃、90±3%RHの高温高湿雰囲気下で24時間処理後、該常温常湿雰囲気に戻した時のセルロースエステルの流延方向の寸法をHmd(n 20 m)、幅方向の寸法をHtd(nm)とし、下記式に示

m)、幅方向の寸法をHtd(nm)とし、下記式に示す伸縮率SmdおよびStdについて評価した。(2)2223 (2)2

[0.198] Smd (%) = { (Hmd-Lmd) /L md} × 100

 $Std(\%) = {(Htd-Ltd)/Ltd} \times 10$

得られた結果を表5に示す。

[0199]

【表5】

N. 236.42 //4	セルロースエステルフィルム	Smd	Std	備考
元子間負 ノイルム	セルロースエステル フィルム	%	%	VIII - 15
3-1	1-1	0.02	-0.05	本発明
3-2	1-2	0.03	-0.06	本発明
3-3	1-3	0.0	0.02	本発明
3-4	1-4	0.05	-0.05	本発明
3-5	1-5	0.01	0.03	本発明
3-6	1-6	-0.1	0.05	比較例
3-7	1-7	-0.05	0.07	比較例

[0200]表5から、比較に比べて、本発明の光学補 償フィルムは高湿条件下での寸法変化が小さいことが明 らかである。

[0201] 実施例4

《偏光板4-1~4-7の作製》厚さ120μmのポリビニルアルコールフィルムを沃素1質量部、ホウ酸4質量部を含む水溶液100質量部に浸漬し、50℃で4倍に延伸して偏光子を作製した。この偏光子の一方の面には、60℃で2モル/Lの水酸化ナトリウム水溶液中に2分間浸漬し水洗した後100℃で10分間乾燥した80μmの偏光板保護フィルム(コニカタックKC8UX(コニカ(株)製))を、完全鹸化型ポリビニルアルコ

ール5%水溶液の粘着剤を用いて貼り合わせ、もう一方の面には実施例3で作製した光学補償フィルム3-1~3-7を同様の処理を行って貼合した。この場合、光学補償フィルムの光学異方層を有する側が偏光子側になるようにし、アクリル系接着剤を用いて偏光子の透過軸が光学補償フィルムの支持体(セルロースエステルフィルム)の最大屈折率を与える方向と一致するようにして貼合し、偏光板4-1~4-7を各々得た。

[0202] (偏光板のカール性評価) 作製した偏光板のセルロースエステルフィルム作製時における流延幅手ほぼ中央部から、流延方向300mm、幅方向200m mのサイズで切り出したものを使用し、23±3℃、8

※【0207】(観察者側と反対側に配置する偏光板の作

製と液晶セルへの貼合方法)液晶表示装置 5 – a ~ 5 –

q の観察者側と反対側に配置する偏光板は下記に記載の

偏光板保護フィルムa、b、cを表7に記載のように用

【0208】厚さ120μmのポリビニルアルコールフ

ィルムを沃素1質量部、ホウ酸4質量部を含む水溶液1

00質量部に浸漬し、50℃で4倍に延伸して偏光子を

作製した。との偏光子の一方の面には、60℃で2モル

/Lの水酸化ナトリウム水溶液中に2分間浸漬し水洗し

た後100℃で10分間乾燥した80µmの偏光板保護

用セルロースエステルフィルム(コニカタックKC8U

X (コニカ (株) 製)) を、完全鹸化型ポリビニルアル

コール5%水溶液の粘着剤を用いて貼り合わせ、もう一

方の面には、下記に記載のR、値が各々異なる3種の偏

光板保護用フィルムa、b、cを作製し、アクリル系接

エステルフィルムの作製方法としては、従来公知の方法

37

* [0203] 0 ± 3%RHの環境で平らな台上に静置し、偏光板の四 隅の浮き上がり高さを複数回(4回~5回)測定し、平 【表6】 均値を算出して得られた結果を表6に示した。

偏光板	光学補償フィルム	カール(四隅平均高さ)	備考
	元子間頃ノイルム	#0	HI
4-1	· 3-1	4.0	本発明
4-2	3-2	3.9	本発明
4-3	3-3	4.4	本発明
4-4	3-4	4.3	本発明
4-5	3-5	2.5	本発明
4-6	3-6	12.5	比較例
4-7	3-7	13.9	比較例

しった。

【0204】表6から、比較に比べて本発明の偏光板 は、表裏面のセルロースエステルフィルムの厚みが異な るにもかかわらず、カール特性が良好な偏光板が作製で きることが分かる。

[0205] 実施例5

《液晶表示装置の作製及び評価》液晶セルとして、NE C製15インチディスプレイMulti Sync L 20 CD1525Jのあらかじめ貼合されていた光学補償フ ィルムおよび偏光板を剥がしたものを使用し、前記液晶 セルの観察者側の偏光板とその反対側の偏光板は各々以 下のように作製し、各々貼合して表7に湿すように液晶 表示装置5-a~5-qを各々作製した。

【0206】(観察者側偏光板の作製と液晶セルへの貼 合方法)液晶表示装置5-a~5-iについては、実施 例4で作製した偏光板4-1~4-7を表7に示すよう にそのまま使用した。次いで、液晶表示装置5-j~5 - q については、実施例2で作製したセルロースエステ 30 着剤を用いて貼合した。尚、R、値の異なるセルロース ルフィルム2-1~2-6を用いて、実施例3に記載と 同様にして光学補償フィルム5-1~5-6を作製し、 次いで、実施例4に記載と同様にして作製した偏光板5 Ж -1~5-6を観察者側偏光板として用いた。

(偏光板保護用セルロースエステルフィルムa、b、cの作製)

(ドープ液の調製)

セルロースエステル(アセチル置換度2.88)

100質量部

トリフェニルホスフェート

5 質量部 1 質量部

チヌビン109(チバスペシャリティーケミカルズ(株)製)

455質量部

メチレンクロライド

エタノール

36質量部

を適用して作製してもよい。

[0209]

上記の材料を混合、撹拌してドーブ液を調製した。

【0210】上記で調製したドープ液をダイからステン レスベルト上にドープ温度30℃で流延し、ウェブを形 成した。ステンレスベルトの裏面から25℃の温水を接 触させて温度制御して、ステンレスベルト上でウェブを 乾燥し、次いで、15 °Cの冷水を接触させて、ウェブを ステンレスベルト上から剥離した。

【0211】尚、乾燥時にベルトの運転速度を調整し

て、剥離時のウェブ中の残留溶媒量が20質量%、40 50

質量%、90質量%になるように3種のウェブを調製し Ìc.

【0212】その後、得られたウェブを140℃に設定 されたテンターゾーンにおいて、幅手方向で1.01倍 の延伸処理を施し、残留溶媒量が0.05%になるまで 乾燥させた。また、膜厚が60μmになるように調整 し、偏光板保護用セルロースエステルフィルムa、b、 cを得た。

【0213】得られた偏光板保護用セルロースエステル

フィルムの厚み方向のリターデーション値(R.)を実 施例1に記載の方法を用いて測定したところ、偏光板保 護用セルロースエステルフィルムaのR。は50nm、 偏光板保護用セルロースエステルフィルムbのR、は2 0 n m、偏光板保護用セルロースエステルフィルムのR ,は40nmであった。

39

【0214】光学補償フィルムの貼合においては、液晶 セル側が支持体に接し、液晶セルの近接する基板面のラ ビング方向が本発明の光学補償フィルムのラビング軸-Y方向と一致するように配置し、当該ラビング軸と偏光 10 板透過軸が直交するように貼合した。

【0215】尚、ラビング処理した光学補償フィルムの 方向については、配向層を塗布した支持体を配向層面側 からみて直線状にラビングした方向をY軸の+方向と し、反対方向を一方向とし、それに直交するX軸を同様× * に支持体面内に設定し、基準配置とした。以後、光学補 償フィルム面の面内方向の特定については、とくに断わ らない限りラビング方向を基準として同様に行った。 【0216】こうして得られた本発明の光学補償フィル ムを貼合した液晶パネル(5-a~5-q)を、ELD IM社製EZーcontrastにより視野角を測定し た。視野角は、液晶パネルの白表示と黒表示時のコント ラスト比が10以上を示すパネル面に対する法線方向か らの傾き角の範囲であらわした。その結果、本発明の光 学補償フィルムについて得られた視野角の値を表7に示

[0217] 得られた結果を表7に示す。

[021.8]

【表7】

液晶表示装置	光学補償フィルム	偏光板保護フィルムの Ri	左	右	ㅗ	4	備考
			度	度	度	度	L
5-a	1-1	5	60	60	45	40	本発明
5-b	1-1	20	55	55	45	35	本発明
5 – c	1-1	40	55	55	40	35	本発明
5 – d	1-2	20	60	60	40	30	本発明
5e	1-3	40	60	60	45	35	本発明
5-f	1-4	5	60	60	45	35	本発明
5-g	1-5	20	65	65	45	35	本発明
5—h	1-6	40	50	50	40	25	比較例
5 – i	1-7	5	50	50	40	25	比較例
5 — j	2-1	20	60	60	40	30	本発明
5-k	2-2	40	60	60	40	30	本発明
5-1	2-3	5	65	65	45	40	本発明
5-a	2-3	20	60	60	45	40	本発明
5-n	2-3	40	60	60	40	35	本発明
5-o	2-4	20	65	65	45	35	本発明
5 p	2-5	40	65	65	45	35	本発明
5-q	2-6	5	65	65	45	35	本発明

【0219】表7から、比較に比べて、本発明の液晶表

【0220】実施例6

らかである。

《セルロースエステルフィルムの作製》以下に示すよう にして、ドープ調製し、次いで、セルロースエステルフ 40 No. 244を使用して瀘過した後、一晩そのまま放置 ィルムを作製した。

示装置は、優れた視野角拡大機能を示していることが明

【0221】(ドープの調製)表8または9に記載の口※

エタノール

(ドープ液の組成)

セルロースエステル (表8、9に記載) エチルフタリルエチルグリコレート

100質量部

※ット番号(A~F)を有するセルロースエステルと、下

記の材料を所定量混合し、その混合物を密閉容器に入

れ、混合物をゆっくり攪拌しながら徐々に昇温し、60

分かけて45℃まで上げ溶解した。容器内を1.2気圧

に調整した。このドープを安積濾紙(株)製の安積濾紙

4質量部

チヌビン109 (チバスペシャリティーケミカルズ (株) 製) 3 質量部

しドープを得た。

[0222]

メチレンクロライド

455質量部 36質量部

(セルロースエステルフィルム6−1~6−5、7−1

レスベルト上にドーブ温度30℃で流延し、ウェブ形成 ~7-5の作製)上記作製したドープをダイからステン 50 した。ステンレスベルトの裏面から25℃の温度の温水

を接触させて温度制御されたステンレスベルト上でウェブを1分間乾燥した後、更にステンレスベルトの裏面に、15℃の冷水を接触させて15秒間保持した後、ステンレスベルトからウェブを剥離した。剥離時のウェブ中の残留溶媒量は100質量%であった。

[0223] 但し、インライン添加を行ったセルロース エステルフィルム6-4、6-5、7-4、7-5については、実施例2に記載のセルロースエステルフィルム 2-1、2-3、2-5の作製と同様にしてインライン 添加を行った。

【0224】次いでテンターを用いて剥離したフィルム の両端をクリップで掴み、クリップ間隔を巾方向に変化*

* させることで、延伸倍率1.15倍にフィルムを延伸した。その際のフィルム温度は140℃あるいは160℃とした。その後乾燥過程で張力カット装置を導入した部分を通過させ、巻き取り張力を100N/mとなるように調整した。このようにして膜厚90μmのセルロースエステルフィルム6-1~6-5、7-1~7-5を各々得た。得られたセルロースエステルフィルムの光学特性は実施例1に記載と同様に評価した。

[0225] 得られた結果を表8、表9に示す。

10 [0226]

【表8】

	セルロース 置換度			混合比率	Ro	Rt	Rt / Ro	
セルロースエステルフィルム	ロット番号 アセチル プロピオニル		プロピオニル	起日北华			K17 K0	
· 6 – 1	A	2.0	0.8	100	56	123	2.2	
6-2	В	2.0	0.8	100	58	121	2.1	
6-3	С	2.0	0.8	100	56	130	2.3	
	В	2.0	0.8	60	51	112	2.2	
6-4	D	1.9	0.9	40				
 	С	2.0	0.8	90	65	141	2.2	
65	É	1.9	0.7	10	65] '~' _		

[0227]

※ ※【表9】

	セルロース 置換度		混合比率	Ro	Rt	Rt / Ro	
セルロースエステルフィルム	ロット番号	アセチル だっしゃ		- NO	N.		
7-1	F	2.7	100	43	76	1.8	
7-2	G	2.7	100	48	95	2.0	
7-3	н	2.7	100	45	100	2.2	
	G	2.7	80	51	93	1.8	
7-4	I	2.65	20	31		1.6	
	н	2.7	10	62	110	1.8	
7-5	J	2.68	90	- 02	110	1.0	

【0228】表8、表9から、下記のようにインラインブレンドによるR、/R。の調整についての知見を得た。【0229】《インラインブレンドによるR、/R。の調整について》表8のセルロースエステルフィルム6-1~6-3の各々のR、/R。値、表9のセルロースエステルフィルム7-1~7-3の各々のR、/R。値から判るように、流延製膜後、延伸して得られたセルロースエステルフィルムのR、/R。値は、作製時に使用したセルロースエステルフィルムのR、/R。値は、作製時に使用したセルロースエステルフィルムのR、/R。値は、作製時に使用したセルロースエステルフィルムの光。学特性が必ずしも同一にならず、少しずつではあるが変動することが判る。

[0230] とのようなロット変動による、 R_{\star}/R_{\bullet} 値の調製に対応する為には、表806-4、6-5に示すように2 種類のセルロースエステルBとD、CとEをインラインブレンドすることにより、セルロースエステルフィルム6-1 の R_{\star}/R_{\bullet} (2.2)になるように調製

するととができる。

【0231】同様に、表9のセルロースエステルフィルム7-4、7-5に示すように2種類のセルロースエステルGとI、HとJをインラインブレンドすることにより、セルロースエステルフィルム7-1のR。/R。(1.8)になるように調製することが出来た。

ように、流延製膜後、延伸して得られたセルロースエス [0232]以上から、本発明では、置換度の異なるセテルフィルムのR、/R。値は、作製時に使用したセルロ 40 ルロースエステルドーブをインラインで混合すること ペースエステルのロットによって、同じ置換度の材料を用いても得られるセルロースエステルフィルムの光学特性 助を最小限になるように制御し、ばらつきを防止することが出来た。

[0233]

【発明の効果】本発明により、1枚で高い視野角拡大効果を達成する光学補償フィルム、それに用いる優れた光学特性を有するセルロースエステルフィルム、その製造方法、偏光板及び液晶表示装置を提供することが出来た

フロントページの続き

 (51)Int.Cl.'
 識別記号
 F I
 デーマラード (参考)

 // B 2 9 K
 86:00
 B 2 9 K
 86:00

 B 2 9 L
 7:00
 C 0 8 L
 1:10

F ターム(参考) 2H049 BA02 BA06 BA25 BA27 BA46
BB03 BB33 BB43 BB51 BB62
BC04 BC05 BC09 BC14 BC22
2H091 FA08X FA08Z FA11Z FB02
LA19
4F071 AA09 AA80 AF31 AH16 AH19
BA02 BB02 BC01
4F210 AA01J AA24J AC03 AC01
AH73 AR06 AR20 QA02 QC03
Q001 Q013 QC01 QG18 QL01
QW21